

ISSN 1340-2676

# 岐阜県保健環境研究所報

第 23 号  
平成 27 年

Report of Gifu Prefectural Research Institute  
for Health and Environmental Sciences

No.23, 2015

岐阜県保健環境研究所

Gifu Prefectural Research Institute for Health and Environmental Sciences



## はじめに

日ごろは、岐阜県保健環境研究所の業務推進にご理解、ご協力を賜りまして、誠にありがとうございます。

当研究所は、保健衛生と環境衛生分野の科学的・技術的な中核機関として、食品、飲料水、生活用品、医薬品など日常生活品をはじめ、大気、河川水、土壌など生活環境、さらには、人の健康に重大な影響を及ぼす感染症や食中毒の精密検査などを通じ、県民生活の安全・安心を守るとともに県民の生活の質の向上に繋がる取り組みを行っています。

近年、東日本大震災に伴う東京電力福島第一原子力発電所の事故による放射性物質の拡散・汚染、中国並びにアジア近隣国における鳥インフルエンザ、中東呼吸器症候群(MERS コロナウイルス)、エボラ出血熱、重症熱性血小板減少症候群(SFTS)、また、PM2.5(微小粒子状物質)の高濃度観測事例など健康危機事案の頻繁な発生が見受けられます。

このような健康危機事案に対しては、発生時の迅速かつ的確な対応が必要であることは言うまでもありませんが、何よりも平素から危機管理体制の充実が肝要であると考えております。これらを踏まえ、当研究所では、目標の第一に「健康危機管理の強化」を掲げ、保健衛生分野では、岐阜県感染症情報センターにおける感染症に関する情報の収集・解析・発信や、感染症や食中毒など健康被害の疫学的調査に加え、食品混入異物の精度の高い検査並びに動物由来感染症など新たな問題への取り組みを開始しました。

さらに、健康疫学の調査体制を整備するための準備を進めており、県民の生活の質を高めるための事業にも積極的に取り組んでまいります。

また、環境衛生分野の検査においては、従来からの土壌、大気、水質汚染に、PM2.5(微小粒子状物質)の質量濃度測定に加え、成分分析検査を実施しております。

調査研究は、国の関係機関をはじめ、大学、他の研究機関との連携を強化し、最新の科学情報を収集し、技術的協力をするためのネットワークの構築に努めており、県民や企業などのニーズに沿った地域密着型研究を中心に取り組んでいます。

このたび感染症法が一部改正され平成28年4月から施行されますが、地方衛生研究所としての果たす役割が明確にされ、同時に責任もより大きくなってまいります。検査精度の一層の向上、新しい分野の検査技術の修得など課題はたくさんあります。職員が一丸となってこれら山積した課題解消に向け、県民の皆様の期待に応えられるように業務に邁進して参りたいと思います。

今後とも、県民が健康で安心して暮らせる生活の実現を目指し、職員一人一人が、日々技術研鑽に励んでいきますので、益々のご支援をよろしくお願いします。

ここに当研究所の研究成果と業務概要を取りまとめましたので、何とぞご高覧の上、ご意見、ご指導を賜れば幸甚に存じます。

平成27年11月

岐阜県保健環境研究所

所長 樋口 行 但

# 目 次

## I 調査研究報告

### [資 料]

○食品を含む環境からのノロウイルス検出 ―平成21年度から平成25年度―	1
葛口剛, 山口智博, 西岡真弘, 酢谷奈津, 小林香夫	
○浴槽水のレジオネラ属菌迅速検査法の検討について	4
酢谷奈津, 亀山芳彦	
○LC-MS/MSによるキノコ及び魚介類の中毒成分迅速分析法(第2報)	
―キノコ中のイボテン酸及び魚介類中のテトロドトキシン分析法―	8
多田裕之, 筑本貴郎, 神山恵理奈, 永井宏幸, 伊藤哲朗	
○化学物質の環境濃度に関する研究	13
高島輝男, 鈴木崇稔	
○液体クロマトグラフィー・高分解能 Orbitrap 質量分析法による牛乳中のテトラサイクリン系抗生物質の 定量分析	18
南谷臣昭, 坂本友佳, 永井宏幸, 後藤黄太郎	

## II 他紙掲載・学会発表

1 他紙掲載論文	23
2 学会等発表	23

## III 業務概要

1 沿 革	25
2 運営概要	
2.1 組 織	25
2.2 職 員 数	26
2.3 分掌事務	26
2.4 職員名簿	28
2.5 歳入及び歳出	29
2.6 土地建物・施設	30
3 研究及び検査の概要	

3.1	保健科学部	31
3.2	生活科学部	35
3.3	環境科学部	38
3.4	食品安全検査センター	43
4	技術指導及び支援	
4.1	保健所検査担当者の研修	51
4.2	講師派遣	51
4.3	研修生の受入	52
4.4	技術支援(現場での指導等)	52
4.5	来所者等への個別指導	52
5	行 事	
5.1	会 議 等	53
5.2	研修会等	54
5.3	学 会 等	56
5.4	講演会等	56
6	検査備品及び図書等	
6.1	主要検査備品	57
6.2	新規購入図書	60

# CONTENTS

[REPORT]

- Detection of Norovirus Gene from Food, Wipe and Well Water in Food-Borne Outbreaks from 2009 to 2013 . . . . . 1  
Tsuyoshi KUZUGUCHI, Tomohiro YAMAGUCHI, Masahiro NISHIOKA, Natsu SUDANI, Yoshio OBAYASHI
- Examination of the Rapid Test Methods for the Detection of Legionella in Bathtub Water . . . . . 4  
Natsu SUDANI, Yoshihiko KAMEYAMA
- Simultaneous Rapid Analysis of Toxins in Poisonous Mushrooms and Seafood by LC-MS/MS (The 2nd report)  
— Analysis of Ibotenic Acid in Poisonous Mushrooms and Tetrodotoxin in Seafood — . . . . . 8  
Hiroyuki TADA, Takao CHIKUMOTO, Erina KOHYAMA, Hiroyuki NAGAI, Tetsuro ITO
- Study on Environmental Concentrations of Chemical Substances . . . . . 13  
Teruo TAKASHIMA, Takatoshi SUZUKI
- Quantitative Determination of Tetracycline Antibiotics in Milk Using Liquid Chromatography-Orbitrap High Resolution  
Mass Spectrometry . . . . . 18  
Tomiaki MINATANI, Yuka SAKAMOTO, Hiroyuki NAGAI, Kotaro GOTO

# I 調查研究報告

## 資 料

## 食品を含む環境からのノロウイルス検出 —平成21年度から平成25年度—

葛口剛, 山口智博, 西岡真弘, 酢谷奈津, 小林香夫

### 要 旨

冬季の感染性胃腸炎, 食中毒の主な原因となるノロウイルスについて, 当県では平成20年より生活衛生課および県内保健所の協力により, 患者・従業員の検便検査だけでなく, 食品・食材, 井戸水, ふき取り検体(以下まとめて環境検体という)についても積極的な検査を行っている。

平成21年度から25年度までの管内施設を原因として発生したノロウイルスを原因とする食中毒63事例のうち53事例において環境検体597検体の検査を行い, 食品・食材4検体, ふき取り23検体の合計27検体からノロウイルス遺伝子を検出した。年度別にみると, 食中毒事例数の増加に伴い環境検体数も増加傾向にあったが, ウイルス遺伝子検出数は減少傾向にあった。

キーワード: ノロウイルス, 食中毒, ふき取り, 食品・食材

### 1 はじめに

ノロウイルスは, 冬季の感染性胃腸炎, 食中毒の主な原因となるウイルスであり, 感染すると激しい嘔吐, 下痢, 腹痛などの症状を示す。平成25年厚生労働省食中毒統計資料によると食中毒事例数の約3分の1, 患者数の約6割がノロウイルスによるものと報告されている。以前は, ノロウイルスによる食中毒が発生するとその原因としてカキ等の二枚貝の生食が真っ先に疑われたが, 最近では調理従事者等がウイルスに感染して食品を汚染した(患者と従業員から同じ型のウイルスを検出)等, 人が汚染源と考えられる事例が多くなっている<sup>1)</sup>。

感染原因追究のためには, 患者・従業員検便検査だけでなく, 食材, 井戸水, ふき取り検体(環境検体)の検査も重要であるが, これらは一般的にウイルス含有量が少なく, 患者便など大量にウイルスを含む検体からのコンタミネーションの危険性が高いため, 自治体においても検査を行っているところは少ない。岐阜県では, 平成20年度から生活衛生課, 各保健所の協力により, 県内で発生した食中毒事例のうち, ノロウイルスが原因と疑われた事例についても環境検体を積極的に採取し, 検査することとしている。今回はこのうち平成21年度から25年度までの5年間の結果について報告する。

### 2 検査材料および検査方法

#### 2.1 検査材料

ノロウイルス遺伝子が患者から検出された食中毒等事例のうち, 飲食店等施設従業員からも同一遺伝子型のノロウイルス遺伝子が検出された, もしくは食材等が汚染されている可能性が高いと判断された事例において採取された食品・食材, 厨房内・トイレ等のふき取りおよび井戸を使用している場合は井戸水。

#### 2.2 検査方法

##### 2.2.1 検体処理

・食品・食材: 適当量の食品・食材にリン酸緩衝液(PBS(-)) 10 mLを加え袋内で食材の表面を洗い, 洗い出し液を15 mL遠沈管に移し, 遠心分離(4°C, 3,500 rpm, 30分)して上清を回収した。特に, 油分が多い検体については, 上清に1 mLのクロロホルムを加え, 20分間激しく振とうした後, 再度遠心分離(4°C, 3,500 rpm, 30分)して上清を回収した。回収液4 mLを等量のポリエチレングリコール溶液と混合し, 4°Cにて90分間(もしくは一晩)放置後, 遠心分離(4°C, 13,000 rpm, 20分)して上清を廃棄し, 沈渣を蒸留水140 μLに懸濁した。

・拭き取り検体: 拭き取った綿棒を滅菌液の中で充分ほぐした後, 懸濁液を新しいチューブに移し, 遠心分離(4°C, 3,500 rpm, 30分)して上清を回収した。回収液4 mLを等量のポリエチレングリコール溶液と混合



し、4℃にて90分間（もしくは一晩）放置後、遠心分離（4℃、13,000rpm、20分）して上清を廃棄し、沈渣を蒸留水140μLに懸濁した。

・井戸水：検体20Lに対し、マグネシウムイオン濃度が25mMになるよう塩化マグネシウム水溶液を加え、全量をペリスタポンプにより陰電荷膜を通過させることにより、ウイルスを陰電荷膜に吸着させ、pH3の硫酸で洗浄後、1mM水酸化ナトリウム水溶液45mLで膜から溶出した。溶出液をCentriprep Concentrator 50（ミリポア）を用いて約1mLになるまで濃縮し、ポリエチレングリコール法により再濃縮した検体を蒸留水140μLに懸濁した。

### 2.2.2 ウイルスRNA抽出および逆転写反応

市販のRNA抽出試薬（SepaGene RV-R（エーディア）またはViral RNA Mini Kit（QIAGEN）：平成22、23年度）を使用してウイルスRNAの抽出を行い、スーパークリプトIII（インビトロジェン）とリバースプライマー（G1-SKRまたはG2-SKR：インビトロジェン受託合成品）を用いて逆転写反応を行った。

### 2.2.3 ウイルス遺伝子増幅

1st PCRはCOG1F/G1SKRまたはCOG2F/G2SKRを、Nested PCRはCOG1F/COG1RまたはCOG2F/COG2Rをプライマーに用いて増幅反応を行い、Nested PCRにおいてRING1a-TM/RING1b-TMまたはRING2-TMにより遺伝子増幅が確認されたものをノロウイルス遺伝子検出とした<sup>2)</sup>。

### 2.2.4 遺伝子シーケンス

ノロウイルス遺伝子が検出された全ての検体について1st PCR産物を鋳型にG1SKF/G1SKRまたはG2SKF/G2SKRのプライマーセットを用いたNested PCRを行い、増幅産物330bp（G1）、344bp（G2）についてCEQ8000（エービーサイエックス）を用い、それぞれのプライマーを使用してダイレクトシーケンスを行った。

## 3 結果

5年間で食品・食材189検体、井戸水11検体、ふき取り397検体のノロウイルス遺伝子検査を行い、食品・食材4検体、ふき取り23検体からウイルス遺伝子を検出した。一方、井戸水検体からはウイルス遺伝子は検出されなかった（表1）。遺伝子が検出された食品・食材検体は、生食用カキ2例、鮭のちゃんちゃん焼き、野菜炒め各1例であり、ふき取り検体では、シンクやまな板、包丁、冷蔵庫など厨房内が14例、トイレドアノブ4例、便器2例、床（嘔吐場所）、食器、生カキが入っていたパック各1例であった。

年度別にみると、管内施設における食中毒件数が一時的に平成24年度には減少したものの、全体的に増加傾向にあった。検査数については比較的事例数に応じた数であったが、検出数（陽性数）に関しては、年度によりRNA抽出法が異なるため単純には比較できないが、検査数が最も少なかった平成21年度が最も多く、検査数が最も多かった平成23年度には全く検出されなかった。

## 4 考察

食品・食材からの検出4事例のうち2例は生食用カキであったが、他の2例は鮭のちゃんちゃん焼および野菜炒めといった加熱食品であった。後者の2例は共に野菜を使った料理であり、野菜調理の途中で食材がウイルスに汚染されたと考える。加熱調理によってウイルスは不活化されるため（不活化されても遺伝子は残るため検出される）、その食品が直接の原因となって食中毒が起こったとは考えにくい。その他の非加熱食品や食器も同様にウイルスに汚染された可能性は高く、こちらが原因となったと考える。他からウイルス遺伝子が検出されなかった理由は、検出限界以下の低濃度汚染もしくは、抽出効率の違いによるものと考えられる。ふき取りについては、検体数の約8割を占める厨房内の検出数が高かったが、検出率ではトイレ関係や嘔吐

表1 年度別ノロウイルス起因事例数、検査検体数および検出数

年度	管内施設 事例数	食材		井戸水		ふき取り		合計	
		検査数	検出数	検査数	検出数	検査数	検出数	検査数	検出数
H21	10	15	2	1		51	13	67	15
H22	10	13		5		65	7	83	7
H23	15	75		4		107		186	0
H24	9	56	2			58	1	114	3
H25	19	30		1		116	2	147	2
合計	63	189	4	11	0	397	23	597	27

場所のふき取りが高かった。一方、生食用カキが入っていた容器のふき取りからもウイルス遺伝子が検出され、カキからのドリップによる汚染が疑われた事例もあった。

年度ごとの事例数、検査総数およびノロウイルス検出数を比較すると、事例数、検査数は増加傾向にあるものの、ウイルス検出数は減少傾向にある。このことは、ウイルス汚染のリスク・機会が増しているが、ノロウイルスに無対策の施設における高濃度汚染の食中毒事例が年々減少し、低濃度汚染事例の割合が多くなっているためと考えられる。実際、新しい遺伝子型のノロウイルスが流行するなどリスクは高まっているが<sup>3)</sup>、逆にその高い知名度から、多くの食品関連施設でノロウイルス対策が進んできている。一方、ノロウイルスはその感染力が非常に高く、現在の遺伝子検査法で検出できないほどの低濃度汚染であっても感染してしまう可能性が高いため<sup>4)</sup>、このような現象が起こると考えられる。

また、県内発生事例数が増加傾向にある中、平成 22 年度および 24 年度については事例数が比較的少ない。これは、各年度が全国豊かな海づくり大会およびぎふ清流国体・ぎふ清流大会といった全国的なイベントが県内で開催された年にあたり、大会前および大会期間中に行政による食品関連業者への立ち入り・食中毒への注意喚起が例年以上に行われたことによる抑止

効果であると考えられる。事実、この年にはノロウイルスを原因とする食中毒事例は大会期間中を含め、その前後には全く発生せず、注意力が薄れたであろう大会後しばらく経過した年度末に食中毒が集中して発生している。このことは、行政が関連業者に行う注意喚起・指導はノロウイルス食中毒発生防止に一定の効果があることを示すものである。その指導の根拠になり得る本環境検査は今後も続けて行っていく必要があると考えている。

#### 謝 辞

本調査に関し、生活衛生課および有症者および従業員便の遺伝子検査を行い、その情報を提供していただきました管轄保健所の皆様に深謝致します。

#### 文 献

- 1) 厚生労働省ノロウイルスに関する Q&A：平成 25 年 10 月 11 日最終改訂
- 2) ウイルス下痢症診断マニュアル（第 3 版）：平成 15 年 7 月
- 3) IASR 記事 Vol. 36 p. 175-178: 2015：平成 27 年 9 月
- 4) CDC, MMWR 50 (RR09): 1-18, 2001：平成 13 年

## Detection of Norovirus Gene from Food, Wipe and Well Water in Food-Borne Outbreaks from 2009 to 2013

Tsuyoshi KUZUGUCHI, Tomohiro YAMAGUCHI, Masahiro NISHIOKA, Natsu SUDANI, Yoshio KOBAYASHI

*Gifu Prefectural Research Institute for Health and Environmental Sciences:  
1-1, Naka-fudogaoka, Kakamigahara, Gifu, 504-0838, Japan*

## 資料

## 浴槽水のレジオネラ属菌迅速検査法の検討について

酢谷奈津, 亀山芳彦

## 要 旨

浴槽水のレジオネラ属菌の迅速検査法として、近年、検水から直接レジオネラ遺伝子を検出する方法が開発されている。今回、迅速検査法のうち市販試薬を用いて LAMP 法及び LC EMA-qPCR 法の有用性を検討した。Legionella pneumophila 血清群 1 (長崎 80-045 株) を用いて各検査法の検出感度を検討したところ、LAMP 法は 10CFU/100 mL レベル、LC EMA-qPCR 法は 1CFU/100 mL レベルであった。また、LC EMA-qPCR 法において、死菌数  $10^2$  CFU/100 mL レベル以下では死菌由来遺伝子の検出が抑制された。

入浴施設の浴槽水 95 検体を用いて培養法、LAMP 法及び LC EMA-qPCR 法の比較を行った結果、LAMP 法は培養法に対して感度 77.8 %、特異度 76.5 % であった。一方、LC EMA-qPCR 法は遺伝子検出を陽性とした場合、培養法に対して感度 100 %、特異度 73.5 % であった。定量値 10 コピー/mL 以上を LC EMA-qPCR 法陽性とした場合、感度 96.3 %、特異度 88.2 % となり、培養法との相関が高まった。

キーワード：レジオネラ属菌、LAMP 法、LC EMA-qPCR 法

## 1 はじめに

浴槽水のレジオネラ属菌検査は、基本的には培養法が用いられるが、判定までに 7 日以上を要することから、感染防止対策の遅れが懸念されている。近年、環境水のレジオネラ属菌迅速検査法として、濃縮検水から直接レジオネラ属菌遺伝子を検出する方法が開発され、試薬キットの市販により、浴槽水検査においても活用が進みつつある。

濃縮検水から直接レジオネラ属菌遺伝子を検出する迅速検査法には、LAMP 法とリアルタイム PCR 法 (qPCR 法) がある。いずれも検査開始から数時間で結果が得られるが、生菌のみならず死菌由来の遺伝子も検出するため、結果の解釈には留意が必要となる。一方で、死菌由来遺伝子の検出を抑制し、生菌由来遺伝子を選択的に検出することを目的として、LC EMA-qPCR 法が新たに開発された。これは、qPCR 法に液体培養 (LC ; Liquid Culture) と EMA (ethidium monoazide) 処理の 2 つの前処理を組み合わせた方法であり、濃縮検水を液体培地で培養することで損傷菌の回復と生菌数の増加を図り、さらに液体培養後の検水に EMA (膜損傷菌の遺伝子を修飾し、その PCR 増幅を阻害する物質) を作用させることで死菌由来遺伝子の検出を抑制する効果を期待したものである。検査開始日の翌日の結果判定となるが、従来法と比較して培養法との相関が高いことが報告されている<sup>1,2)</sup>。

今回、迅速検査法のうち、LAMP 法と LC EMA-qPCR

法について培養法との比較を行い、その有用性について検討した。表 1 に LAMP 法及び LC EMA-qPCR 法の特徴を示した。

表1 LAMP法及びLC EMA-qPCR法の特徴

	LAMP法	LC EMA-qPCR法
試薬	フルキット (栄研化学)	フルキット (タカラバイオ)
検査開始から結果 判定までの時間	約3時間 (当日判定)	約24時間 (翌日判定)
生菌・死菌の判別	死菌由来遺伝子も 検出	生菌由来遺伝子を選 択的に検出
判定	定性	定性・定量

## 2 方法

## 2.1 LAMP 法

Loopamp レジオネラ検出キット E (栄研化学) を用い、リアルタイム濁度測定装置 (栄研化学) で測定を行った。なお、添付文書では DNA 抽出に検水の 5000 倍濃縮液を用いるところを、本研究では検体調製の都合上、1000 倍濃縮液を用いた。それ以外の手順は添付文書に従った。

## 2.2 LC EMA-qPCR 法

検水の 1000 倍濃縮液 100  $\mu$ L に等量の酸処理液 (0.2M KCl-HCl, pH2.2) を加え、室温で 5 分間静置後、MWY 液体培地 900  $\mu$ L を加え 36  $^{\circ}$ C、18 時間培養した。培養後の培養液を用い、EMA 処理、DNA 抽出及び qPCR を順次実施した。EMA 処理、DNA 抽出、

qPCR にはそれぞれ Viable *Legionella* Selection Kit for LC EMA-qPCR (タカラバイオ), Lysis Buffer for *Legionella* (タカラバイオ), Cycleave PCR *Legionella* (16S rRNA) Detection Kit (タカラバイオ) の各キットを添付文書に従い使用した。リアルタイム PCR 装置は、StepOnePlus™ リアルタイム PCR システム (Life Technologies) を使用した。

また、液体培養前後及び EMA 処理前後の遺伝子検出の変化を観察するため、液体培養前 (0hLC) 及び液体培養後 (18hLC) 時点の検体についても同様に DNA 抽出及び qPCR を実施した。

### 2.3 調製菌液を用いた検出限界等の検討

BCYE $\alpha$  寒天培地で 30°C, 4 日間培養した *Legionella pneumophila* 血清群 1 (長崎 80-045 株) を滅菌生理食塩水に懸濁し、希釈し、約 10<sup>6</sup>~10<sup>1</sup> CFU/mL の 10 倍希釈系列の菌液を調製した。各希釈菌液を WYO $\alpha$  寒天培地に 100  $\mu$ L ずつ塗布し、37°C, 7 日間培養し生菌数を測定した。同時に、各希釈菌液を上記 2.2 及び 2.1 の 1000 倍濃縮液として用い、LAMP 法及び LC EMA-qPCR 法を行った。さらに、LC EMA-qPCR 法における死菌検出抑制効果を確認するため、各希釈菌液を 95°C, 5 分間加熱して作製した死菌液を用いて同様に LC EMA-qPCR 法を実施した。

### 2.4 浴槽水を用いた検討

平成 25 年 9 月~平成 26 年 11 月に採取された県内入浴施設の浴槽水 95 検体を試料として、培養法、LAMP 法及び LC EMA-qPCR 法によるレジオネラ属菌の検出を行った。培養法は、新版レジオネラ症防止指針記載のろ過濃縮法に準じ、当所の他、県内 4 機関 (岐阜保健所 (平成 25 年度), 西濃保健所, 東濃保健所, 飛騨保健所) において分担して実施した。

## 3 結果

### 3.1 各検査法の検出限界等

*Legionella pneumophila* 血清群 1 (長崎 80-045 株)

菌液を用いた各検査法の結果を表 2 に示す。

LAMP 法では生菌数 6.3 $\times$ 10<sup>1</sup> CFU/100 mL 以上の菌液でレジオネラ属菌遺伝子が検出された。

一方、LC EMA-qPCR 法では、生菌数 6.3 CFU/100 mL 以上の菌液でレジオネラ属菌遺伝子が検出された。また、各菌液において液体培養の前後で、遺伝子定量値にそれぞれ 2~3 オーダーの増加がみられた。死菌液では推定死菌数 6.3 $\times$ 10<sup>2</sup> CFU/100 mL 以下の菌液では死菌由来遺伝子の検出が完全に抑制された。また、生菌数 (CFU/100 mL) と遺伝子定量値 (コピー/mL) の間には良好な相関が得られた (図 1)。

### 3.2 培養法との比較

浴槽水 95 検体中、培養法では 27 検体 (28.4%) から 10 CFU/100 mL 以上のレジオネラ属菌が検出され、LAMP 法では 37 検体 (38.9%) から、LC EMA-qPCR 法では 45 検体 (47.4%) からレジオネラ属菌遺伝子が検出された。

LAMP 法では、培養法陽性 27 検体中 21 検体が陽性となり、培養法に対する感度は 77.8% であった (表 3)。また、培養法陰性 68 検体中 52 検体が陰性となり、特異度は 76.5% であった。培養法陽性かつ LAMP 法陰性となった 6 検体の菌数の内訳は、10 CFU/100 mL が 4 検体、20 CFU/100 mL 及び 100 CFU/100 mL が各 1 検体であった。

LC EMA-qPCR 法では、培養法陽性 27 検体すべてにおいてレジオネラ属菌遺伝子が検出され、遺伝子検出を陽性とした場合、培養法に対する感度は 100% であった (表 4)。一方、培養法陰性 68 検体中 50 検体がレジオネラ属菌遺伝子不検出であり、特異度は 73.5% であった。

培養法による生菌数 (CFU/100 mL) と遺伝子定量値 (コピー/mL) の間には、ややばらつきはみられるものの比較的良好的な相関が認められた (図 2)。定量値 10 コピー/mL 以上を LC EMA-qPCR 法陽性とした場合、培養法に対する感度は 96.3%, 特異度 88.2% となり、

表2 調整菌液希釈系列のLAMP法及びLC EMA-qPCR法結果

菌数 (CFU/100mL)	LAMP法	LC EMA-qPCR法(コピー/mL)			
		生菌液			死菌液
		0hLC	18hLC	18hLC・EMA(+)	18hLC・EMA(+)
6.3 $\times$ 10 <sup>5</sup>	NT	3.8 $\times$ 10 <sup>5</sup>	1.5 $\times$ 10 <sup>7</sup>	9.3 $\times$ 10 <sup>6</sup>	2.4 $\times$ 10 <sup>3</sup>
6.3 $\times$ 10 <sup>4</sup>	NT	2.3 $\times$ 10 <sup>4</sup>	8.1 $\times$ 10 <sup>6</sup>	3.6 $\times$ 10 <sup>6</sup>	1.3 $\times$ 10 <sup>2</sup>
6.3 $\times$ 10 <sup>3</sup>	NT	1.4 $\times$ 10 <sup>3</sup>	5.8 $\times$ 10 <sup>5</sup>	3.8 $\times$ 10 <sup>5</sup>	7.0
6.3 $\times$ 10 <sup>2</sup>	+	8.2 $\times$ 10 <sup>1</sup>	2.6 $\times$ 10 <sup>4</sup>	1.2 $\times$ 10 <sup>4</sup>	ND
6.3 $\times$ 10 <sup>1</sup>	+	12	1.8 $\times$ 10 <sup>3</sup>	1.4 $\times$ 10 <sup>3</sup>	ND
6.3	-	ND	2.9 $\times$ 10 <sup>2</sup>	2.2 $\times$ 10 <sup>2</sup>	ND
6.3 $\times$ 10 <sup>-1</sup>	-	ND	ND	ND	ND
6.3 $\times$ 10 <sup>-2</sup>	-	ND	ND	ND	ND

NT:未実施 ND:不検出

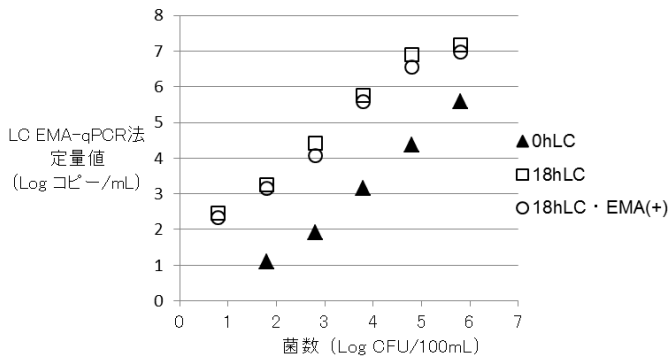


図1 LC EMA-qPCR法による遺伝子定量値と菌数の相関

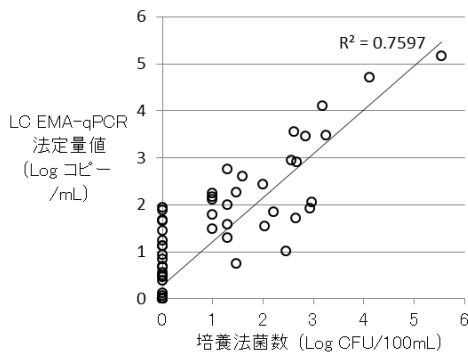


図2 LC EMA-qPCR法(18hLC/EMA(+))定量値と培養法菌数との相関

表3 LAMP法と培養法の比較

LAMP法	培養法		計
	陽性	陰性	
陽性	21	16	37
陰性	6	52	58
計	27	68	95
感度	77.8%	陽性的中率	56.8%
特異度	76.5%	陰性的中率	89.7%

表4 LC EMA-qPCR法と培養法の比較 (遺伝子検出=陽性)

LC EMA-qPCR法	培養法		計
	陽性	陰性	
陽性	27	18	45
陰性	0	50	50
計	27	68	95
感度	100.0%	陽性的中率	60.0%
特異度	73.5%	陰性的中率	100.0%

表5 LC EMA-qPCR法と培養法の比較 (10コピー/mL以上=陽性)

LC EMA-qPCR法	培養法		計
	陽性	陰性	
陽性	26	8	34
陰性	1	60	61
計	27	68	95
感度	96.3%	陽性的中率	76.5%
特異度	88.2%	陰性的中率	98.4%

表6 培養法陰性、LC EMA-qPCR法検出の不一致例

No.	LC EMA-qPCR法(コピー/mL)			LAMP法	培養法 CFU/100mL
	0hLC	18hLC	18hLC+EMA(+)		
1	$5.2 \times 10^2$	$4.6 \times 10^2$	$2.8 \times 10^1$	+	<10
2	$1.6 \times 10^2$	$1.8 \times 10^2$	$1.3 \times 10^1$	+	<10
3	$1.5 \times 10^1$	$9.6 \times 10^1$	$4.5 \times 10^1$	+	<10
4	$4.2 \times 10^1$	$1.2 \times 10^1$	4.6	+	<10
5	3.2	2.1	3.6	+	<10
6	ND	2.1	7.0	+	<10
7	ND	4.3	1.3	+	<10
8	$2.8 \times 10^1$	$2.9 \times 10^1$	3.2	-	<10
9	2.8	2.1	1.2	-	<10
10	3.6	2.8	2.9	-	<10
11	ND	3.3	$1.3 \times 10^1$	-	<10
12	$2.3 \times 10^1$	$2.8 \times 10^2$	$8.8 \times 10^1$	+	<10
13	$1.0 \times 10^1$	$1.3 \times 10^2$	$7.6 \times 10^1$	+	<10
14	2.9	$1.0 \times 10^2$	$4.7 \times 10^1$	-	<10
15	8.0	$1.9 \times 10^1$	5.0	-	<10
16	2.8	$2.4 \times 10^1$	2.4	-	<10
17	2.8	$3.4 \times 10^1$	8.8	-	<10
18	ND	$4.8 \times 10^1$	$1.8 \times 10^1$	-	<10

ND: 不検出

特異度が改善された(表5)。

培養法陰性68検体のうち、LC EMA-qPCR法でレジオネラ属菌遺伝子が検出された18検体の定量値を、液体培養前(0hLC)、液体培養後(18hLC)の定量値及

びLAMP法の結果と併せて表6に示した。18検体中11検体(No.1~11)については、液体培養後に定量値の増加が認められないことから、死菌由来遺伝子を検出したものと考えられた。7検体(No.12~18)につい

では、液体培養後に定量値の増加が認められることから生菌が存在したと推察されるが、LAMP法でも不検出となる検体が多いことから、培養法では検出されない程度のわずかな生菌が存在していたと考えられた。

#### 4 考察

今回の検討において、LAMP法の検出限界は培養法とほぼ同程度であった。実際の検体では、菌数の少ない検体では結果が安定しないことや、死菌由来遺伝子の検出により培養法と結果が一致しない場合もあったが、検査開始当日中という早期に一定以上のレジオネラ汚染の有無を確認するという点において有用であるといえた。

一方、LC EMA-qPCR法は、培養法及びLAMP法よりも高感度であり、培養法で検出されないレベルのわずかなレジオネラ属菌遺伝子も検出された。カットオフ値を設定することで培養法に対する特異度が改善され、LAMP法よりも培養法との相関が高くなった。鳥谷ら<sup>1)</sup>は、EMA-qPCR法において1 CFUが100コピーに相当するとし、カットオフ値として5 CFU/100mL (5コピー/mL)を提案しているが、今回の検討においては10コピー/mLが培養法における生菌検出の一つの目安となるといえた。ただし、大量の死菌が存在する場合などはEMAが消費され死菌由来遺伝子を検出する場合がある。その他にも、実際の検体では、何らかの理由でEMAの効果が十分に発揮されず死菌由来遺伝子を検出したと考えられるケースがあった。これらこのことを踏まえると、個々のケースで生菌・死菌の存在を評価するには、液体培養EMA処理後の定量値と併せて、液体培養前及び液体培養後の定量値を補助的

データとして活用することが望ましいと考えられた。

LC EMA-qPCR法は、検査開始翌日に培養法における生菌検出をある程度予測することが可能であると同時に、ごく少量のレジオネラ属菌遺伝子も検出するため、より厳しい陰性確認ができるといえた。

遺伝子を検出する迅速検査法は、生菌を検出する培養法とは検査の原理が異なるため、各検査法の特徴を十分に理解したうえで結果を解釈する必要があるが、レジオネラ症患者の感染源調査時など緊急を要する場合には特に有用であると考えられる。また、培養法と並行して行うことにより、レジオネラ属菌による施設汚染を多角的に評価することができると思われる。

#### 文 献

- 1) 鳥谷竜哉, 荒井桂子, 磯部順子, 緒方喜久代, 八木田健司, 泉山信司, 矢崎知子, 金谷潤一, 吉崎美和: 液体培養 (Liquid Culture) EMA-qPCR法を用いたレジオネラ生菌迅速検査法の検討, 厚生労働科学研究費補助金健康安全・危機管理対策総合研究事業平成24年度総括・分担研究報告書, 71-84, 2012.
- 2) 鳥谷竜哉, 磯部順子, 緒方喜久代, 八木田健司, 山口友美, 武藤千恵子, 金谷潤一, 泉山信司: レジオネラ属菌迅速検査法の標準化—市販迅速検査キットの評価—, 厚生労働科学研究費補助金健康安全・危機管理対策総合研究事業平成25年度総括・分担研究報告書, 89-103, 2013.

## Examination of the Rapid Test Methods for the Detection of *Legionella* in Bathtub Water

Natsu SUDANI, Yoshihiko KAMEYAMA

Gifu Prefectural Research Institute for Health and Environmental Sciences:  
1-1, Naka-fudogaoka, Kakamigahara, Gifu 504-0838, Japan

## 資 料

## LC-MS/MSによるキノコ及び魚介類の中毒成分迅速分析法 (第2報)

## —キノコ中のイボテン酸及び魚介類中のテトロドトキシン分析法—

多田裕之, 筑本貴郎, 神山恵理奈, 永井宏幸, 伊藤哲朗

## 要 旨

キノコ中毒成分であるイボテン酸の分析について、既報のキノコ中毒成分及び魚介類中毒成分分析法に適応させ、ムシモール、ムスカリンと共に一斉分析する方法を確立した。また、魚類の中毒成分であるテトロドトキシンについても、既報の魚介類抽出液を用いて系統的に分析する方法を検討し、良好な結果を得た。キノコ中毒成分の精製用ミニカラムは、既報から変更し、残存シラノールの影響の少ないカラムを使用した。同ミニカラムは、魚介類抽出液を用いたテトロドトキシン分析用検体の精製にも適用した。イボテン酸、テトロドトキシン、及び既報から定量イオンを変更したムシモールの検出限界は、0.30~0.47 µg/gであった。イボテン酸、ムシモール、ムスカリンの2試料各3回による平均添加回収率は85.0~101.0%であり、テトロドトキシンの3試料各3回の平均添加回収率は93.8~111.3%であった。

キーワード：イボテン酸, テトロドトキシン, LC-MS/MS

## 1 はじめに

毒キノコであるテングタケ、ベニテングタケは、食後30分程で嘔吐、下痢、腹痛など胃腸消化器系、まためまい等の神経系の症状も現れ、まれには死に至ることもある危険なキノコである<sup>1)</sup>。毒成分は、イボテン酸、ムシモール、ムスカリン等であり、イボテン酸、ムシモールについては、込山ら<sup>2)</sup>佐藤ら<sup>3)</sup>、が親水性相互作用液体クロマトグラフィー(HILIC)による分析法を報告している。著者らは既報<sup>4)</sup>において、LC-MS/MS法を用いた他のキノコ中毒成分(イルージンS, アマニチン, ファロイジン)のC18カラム精製による分析法と共に、HILICモードによるムシモール、ムスカリンの分析法を報告したが、イボテン酸については検討しなかった。イボテン酸は、テングタケ、ベニテングタケの主要な毒成分であるため、今回はイボテン酸について既報の分析法に適応可能か検討し、ムシモール、ムスカリンと共に一斉分析できるか検討した。

また、フグ毒による中毒は毎年30件程度発生し、死亡率が高く、日本で起こる食中毒死亡者の過半数を占めている<sup>5)</sup>。フグ毒の主成分であるテトロドトキシンについては、秦野ら<sup>6)</sup>、赤木ら<sup>7)</sup>の報告のように、多くの事例でHILICモードによるLC-MS/MSで分析が行われている。著者らは、同手法による魚介類中の不揮発性アミン類の分析法を既報にて報告したが、今

回の分析法における抽出液を用いて、系統的にテトロドトキシンを分析する方法を検討したので報告する。

## 2 実験方法

## 2.1 試料

添加回収用試料として、市販のブナシメジ、エリンギ、シロサバフグ、シオサバ、マイワシを用いた。

## 2.2 試薬、標準溶液

標準品：シグマアルドリッチ社製 イボテン酸、(±)ムスカリンクロリド水和物、和光純薬工業株式会社製 生化学用ムシモール、アレキシスバイオケミカルズ社製 テトロドトキシン(クエン酸フリー)を用いた。

標準溶液：標準品を70%メタノールに溶解し、イボテン酸は200 mg/L、ムシモール及びムスカリンは500 mg/Lの標準原液を調製した。また、テトロドトキシンは0.1%酢酸に溶解して100 mg/Lの標準原液を調製した。各標準原液をイボテン酸、ムシモール、ムスカリンについては0.05%(v/v)トリフルオロ酢酸含有水/アセトニトリル(1:4)、テトロドトキシンについては0.1%(v/v)トリフルオロ酢酸含有水/アセトニトリル(1:1)で希釈して標準溶液を調製した。

その他の試薬等：和光純薬工業株式会社製 特級アセトニトリル(抽出、精製に使用)、LC/MS用アセトニトリル(LC-MS/MS移動相に使用)、特級メタノール、特級トリフルオロ酢酸(TFA)、LC/MS用ギ酸、シ

グマアルドリッチ社製 HPLC 用ギ酸アンモニウムを用いた。

メンブランフィルター：ミリポア社製 MILEX-LG SLLGH13NL 孔径 0.2 μm (キノコ試料用として)、及び MILEX-LH SLLHH13NL 孔径 0.45 μm (魚介類試料用として) を用いた。

C18 ミニカラム：G Lサイエンス社製 InertSep C18 500 mg/6 mL を用いた。

ホモジナイザー：マイクロテックニチオン社製 ヒスコトロン NS50 (ジェネレーターNS-10 外径 10.5 mm) を用いた。

## 2.3 LC-MS/MS 測定条件

### 2.3.1 LC 条件

イボテン酸、ムシモール、ムスカリンについては既報のムスカリン、ムシモールの分析と同条件で実施した。テトロドトキシンについては、イボテン酸等と同じカラム、移動相を使用し、移動相 A 液、B 液のグラジエント条件を B 液% = 70 → (15 分) → 30 (1 分保持) → (1 分) → 70 (9 分保持) とした。また、注入量は 10 μL とし、他の条件はイボテン酸等と同じで実施した。

### 2.3.2 MS/MS 条件

装置は AB SCIEX 社製 4000 QTRAP を使用し、イオン化モード、Ion Spray Voltage は既報と同じ条件で実施した。Turbo Spray Temp. 及び MRM パラメータを表 1 に示した。既報ではムシモールの定量イオンは m/z 98 であったが、m/z 68 に変更した。

表 1 MRM パラメータ

Analyte	Turbo spray temp.(°C)	Q1 (m/z)	mode	Q3 (m/z)	DP (V)	CE (V)	CXP (V)
ibotenic acid		159	quant.	113	26	17	18
			qualit.	159		5	26
muscimol	600	115	quant.	68	51	29	10
			qualit.	98		17	16
muscarine		174	quant.	57	46	33	8
			qualit.	115		23	20
tetradotoxin		320	quant.	302	126	33	16
			qualit.	162		51	28

## 2.4 試料溶液からの抽出、調製

### 2.4.1 キノコ (イボテン酸、ムシモール、ムスカリン)

キノコ試料からのイボテン酸、ムシモール、ムスカリンの抽出、及び精製法を図 1 に示す。精製ミニカラムは、既報で用いた BOND ELUT LRC-C18 500 mg から InertSep C18 500 mg/6 mL に変更し、コンディショニングはアセトニトリル 5 mL 及び水/アセトニトリル(1:9) 2 mL で実施した。イルージン S、アマニチン、ファロイジンについては、遠心分離した抽出液 2.0 mL

を既報通りに調製することとした。

### 2.4.2 魚介類 (テトロドトキシン)

魚介類からのテトロドトキシンの抽出、精製法について図 2 に示した。遠心分離を行った抽出液 2.0 mL を、アセトニトリル 5 mL 及び水/アセトニトリル 2 mL でコンディショニングした InertSep C18 500 mg に通し、水 1.0 mL で溶出した。通過液及び溶出液に水を加え 5.0 mL に定容し、0.45 μm 孔径のメンブランフィルタ



図 1 試料溶液の調製方法 (キノコ)

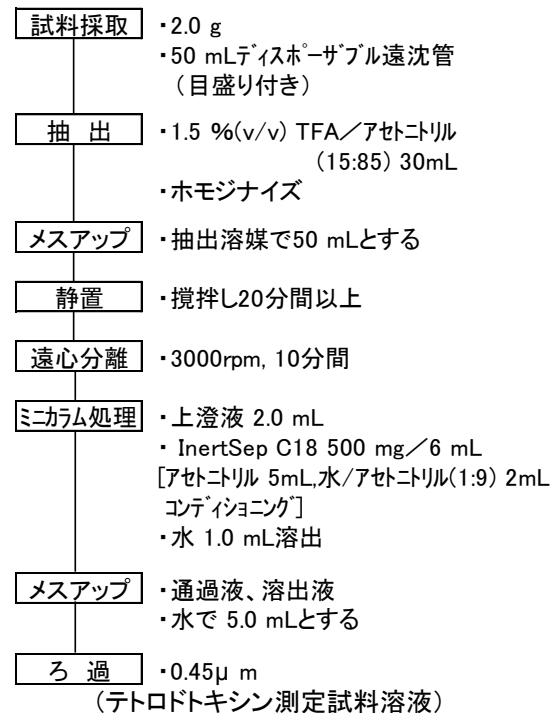


図 2 試料溶液の調製方法 (魚介類)



一でろ過し、テトロドトキシン測定用試料溶液とした。ヒスタミン、カダベリン、チラミン、テトラミンについては、遠心分離した抽出液を既報通りに調製することとした。

### 3 結果および考察

#### 3.1 LC-MS/MS 条件

テトロドトキシン分析のカラム、移動相は、イボテン酸等の分析と同じであるため、続けて分析することが出来、効率的である。

MS/MS 分析では、イボテン酸は脱炭酸イオンである  $m/z$  113、テトロドトキシンは脱水イオンである  $m/z$  302 を定量イオンとした。ムシモールの定量イオンは、既報では  $m/z$  98 であったが、このイオンではクロマトグラムのベースライン変動が大きいので、 $m/z$  68 に変更した。ムスカリンは既報通り  $m/z$  57 を定量イオンとした。また、参考にヒスタジンを次の条件で測定した。

Turbo Spray Temp. : 600°C, Q1 :  $m/z$  156, Q3 :  $m/z$  110, DP : 41V, CE : 21V, CXP : 18V

#### 3.2 抽出、精製

既報におけるキノコのムスカリン、ムシモール分析で使用する精製ミニカラムは、ロットによってはイボテン酸、ムシモールが溶出しない場合があった。残存シラノールの影響が懸念されたため、この残存量が品質管理されているとされる InertSep C18 を使用した。イルージン S 等では、既報の精製ミニカラムで支障はなかった。

魚介類の抽出、メスアップ後の静置時間は、20 分以上としたほうが遠心分離後の上澄液の濁りが少なかった。また、テトロドトキシン試料溶液のろ過時に、0.2  $\mu\text{m}$  孔径のフィルターでは詰る場合があったため、0.45  $\mu\text{m}$  孔径のフィルターを使用した。

既報及び今回における試料採取量はキノコ 5.0 g、魚介類 2.0 g であるが、事例によっては試料量が不足する場合があります。この場合は試料量を 1/5 に減らし、メスアップ量を 10 mL としても良い。

#### 3.3 クロマトグラム

イボテン酸及びテトロドトキシン、更に既報の MRM 測定イオンを変更したムシモールについて、市販のキノコ及び魚に添加後、調製した試料溶液のクロマトグラムを図4～図6に示した。

ブナシメジ 5.0 g にイボテン酸 25  $\mu\text{g}$  を添加した試料及び無添加試料のクロマトグラム (図4) では、イボテン酸溶出時間の約 0.5 分前に比較的強度の強い夾雑ピークが出現しているが、イボテン酸とは確実に分離しており、測定に支障を及ぼすことはないと考えられた。しかし、その他にも夾雑ピークが出ており、イボテン酸を測定する場合は、分離が十分でないと誤認す

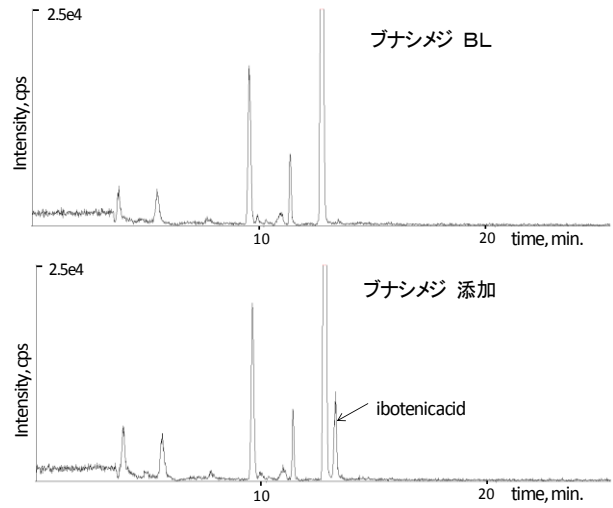


図4 イボテン酸クロマトグラム

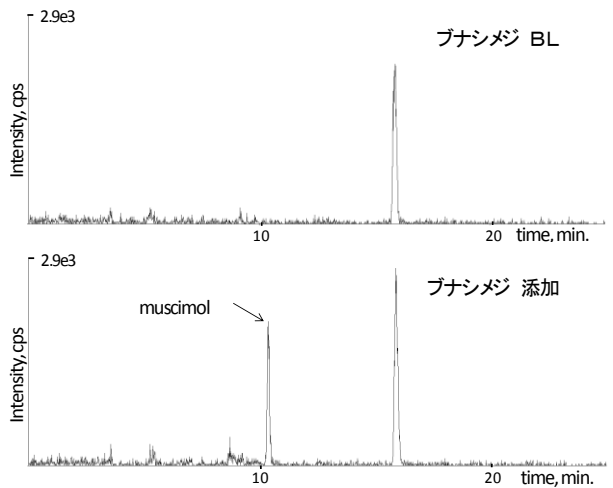


図5 ムシモール クロマトグラム

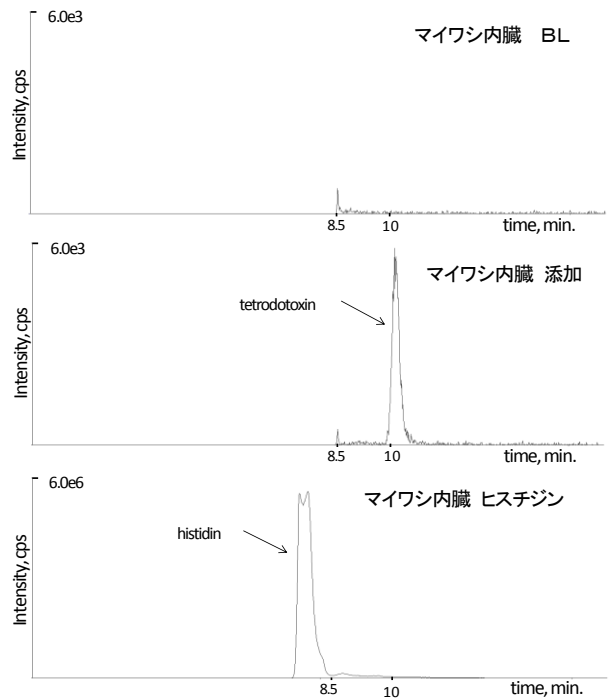


図6 テトロドトキシン及び夾雑成分 クロマトグラム

る可能性が考えられ、注意を払う必要がある。

同じくブナシメジ 5.0 g にムシモール 25 µg を添加した試料及び無添加試料のクロマトグラム (図 5) では、ムシモールのピーク付近には夾雑ピークはほとんど出現せず、支障なく分析が可能であった。

マイワシの内臓 2.0 g にテトロドトキシシン 10 µg を添加した試料及び無添加試料のクロマトグラム (図 6) については、分析に支障となる夾雑ピークはほとんど出現しなかった。しかし、テトロドトキシシンの約 2.5 分前にヒスチジンと考えられる成分が溶出している。このピーク強度はかなり大きく、定量値に影響があると考えられたため、ヒスチジンの溶出がほぼ終了した 8.5 分から質分析計に溶出液を通して測定した。

### 3.4 添加回収試験

イボテン酸、ムシモール、ムスカリンについて 25 µg を、市販のブナシメジ及びエリンギのそれぞれ 3 試料に添加した。表 2 に示すように、ブナシメジに添加したムシモールは 80 % 台の平均回収率であったが、他は 92.2~101.0 % と良好な結果を示した。CV 値は、ブナシメジのイボテン酸が 6.2 % と僅かに高いが、他は 5.0 % 以下であった。

表 2 添加回収試験 (キノコ) (%)

毒成分		ブナシメジ	エリンギ
イボテン酸	平均値	101.0	92.7
	CV	6.2	3.6
ムシモール	平均値	85.0	92.2
	CV	3.7	4.4
ムスカリン	平均値	94.8	92.8
	CV	0.6	3.0

(n=3, 添加量: 25 µg/5g)

テトロドトキシシンは 10 µg を、シロサバフグ、シオサバの筋肉及びマイワシの内臓に添加した。各 3 試料を用いた平均回収率は、シロサバフグ及びシオサバはそれぞれ 105.1 %, 93.8 % と良好な結果が得られた (表 3)。マイワシの内臓における平均回収率が 111.3 % と比較的高い値であったが、食品検査の精度管理における目標回収率 (70~120 %) <sup>8)</sup> を採用した場合、この範囲内であり食品分析では問題がないと考えられた。CV 値については、5.1 % 以下であり良好な結果であった。

表 3 添加回収試験 (魚類) (%)

毒成分		シロサバフグ	シオサバ	マイワシ内臓
テトロドトキシシン	平均値	105.1	93.8	111.3
	CV	0.9	5.1	4.1

(n=3, 添加量: 10 µg/2g)

### 3.5 検出限界

検出限界は、イボテン酸が 0.45 µg/g、ムシモールが 0.47 µg/g、テトロドトキシシンが 0.30 µg/g であった。

Tsujikawa ら<sup>9)</sup> は、乾燥したベニテングタケ及びテングタケのカサを分析したところ、イボテン酸含量は最大で 2845 µg/g であり (平均約 620 µg/g)、ムシモールは最大で 1880 µg/g であった (平均約 790 µg/g) と報告している。またテトロドトキシシンはマウス試験による 10 MU/g (テトロドトキシシンとして 2.2 µg/g) 未満では無毒とされている<sup>10)</sup>。したがって、今回の分析法では、実用分析において十分な感度が得られたと考えられる。

## 4 まとめ

1 毒キノコであるテングタケ、ベニテングタケの中毒成分であるイボテン酸について、既報の分析法に適用可能か検討したところ、精製ミニカラムを残留シラノールの影響の少ないものに変更することで可能となり、ムシモール、ムスカリンと共に一斉分析することが出来た。

2 ムシモールの定量イオンは、既報の *m/z* 98 ではクロマトグラムのベースライン変動が大きいので、*m/z* 68 に変更した。

3 フグ毒の主成分であるテトロドトキシシンについて、既報の魚介類抽出液を用いて、イボテン酸と同じ精製ミニカラムで精製を行い、系統的に分析する方法を検討し良好な結果を得た。

4 テトロドトキシシンの LC-MS/MS 分析では、高濃度のヒスチジンが定量値に影響を及ぼす可能性があるため、ヒスチジンの溶出後に質量分析計へ導入して測定した。

5 イボテン酸、ムシモール、ムスカリンの 2 試料各 3 回による平均回収率は 85.0~101.0 % であり、テトロドトキシシンの 3 試料各 3 回による平均回収率は 93.8~111.3% であった。また、検出限界は、イボテン酸が 0.45 µg/g、テトロドトキシシンが 0.30 µg/g、既報における定量イオンを変更したムシモールは 0.47 µg/g であった。

6 今回の追加検討により、キノコ中毒 7 成分と魚介類中毒 5 成分について、検体原液を系統的に精製して、迅速分析することが可能となった。本分析法は、中毒成分が不明の場合有用な選択肢となり得る。

## 文 献

- 厚生労働省, 自然毒のリスクプロファイル: テングタケ, [http://www.mhlw.go.jp/topics/syokuchu/poison/kinoko\\_det\\_07.html](http://www.mhlw.go.jp/topics/syokuchu/poison/kinoko_det_07.html)
- 込山茂久, 山浦由郎, 中澤裕之, 藤田昌彦, 椛澤洋三: 高速液体クロマトグラフィーによるベニテングタケ中のイボテン酸及びムシモールの定量, 分析化学, 34(4), 161-165, 1985.
- 佐藤正幸, 姉帯正樹: テングタケ類に含有される

- イボテン酸及びムッシモールの分析, 北海道立衛生研究所報, 64, 27-33, 2014.
- 4) 多田裕之, 南谷臣昭, 神山恵理奈, 河村 博: LC-MS/MS によるキノコ及び魚介類の中毒成分迅速分析法, 岐阜県保健環境研究所報, 21, 1-7, 2013.
- 5) 厚生労働省, 自然毒のリスクプロファイル: 魚類: フグ毒, [http://www.mhlw.go.jp/topics/syokuchu/poison/animal\\_01.html](http://www.mhlw.go.jp/topics/syokuchu/poison/animal_01.html)
- 6) 秦野真澄, 難波江芳子, 友岡美智代, 東 忠英, 岡 裕三, 小笠原光憲, 大瀬戸光明, 井上博雄: LC/MS/MS による尿中のテトロドトキシンの分析, 愛媛県立衛生環境研究所年報, 8, 17-20, 2005.
- 7) 赤木浩一, 畑野和広: 親水性相互作用クロマトグラフィーを用いた LC/MS/MS によるテトロドトキシンの分析, 福岡市保健環境研究所報, 32, 98-100, 2006.
- 8) 厚生省生活衛生局食品保健課長通知, 食品衛生検査施設等における検査等の業務の管理の実施について, 平成9年4月1日, 衛食第117号, 1997.
- 9) Kenji Tsujikawa, Hiroyuki Mohri, Kenji Kuwayama, Hajime Miyaguchi, Yuko Iwata, Akinaga Gohda, Sunao Fukushima, Hiroyuki Inoue, Tohru Kishi: Analysis of hallucinogenic constituents in *Amanita* mushrooms circulated in Japan, *Forensic Science International*, 164, 172-178, 2006.
- 10) 佐藤 繁, 児玉正昭, 第7章 自然毒 試験法 A 動物毒 1.フグ毒, 食品衛生検査指針委員会, 食品衛生検査指針理化学編, 813-820, 公益社団法人日本食品衛生協会, 2015.

## Simultaneous Rapid Analysis of Toxins in Poisonous Mushrooms and Seafood by LC-MS/MS(The 2nd report)

### — Analysis of Ibotenic Acid in Poisonous Mushrooms and Tetrodotoxin in Seafood —

Hiroyuki TADA, Takao CHIKUMOTO, Erina KOHYAMA, Hiroyuki NAGAI, Tetsuro ITO

*Gifu Prefectural Research Institute for Health and Environmental Sciences:  
1-1, Naka-fudogaoka, Kakamigahara, Gifu, 504-0838, Japan*

## 資 料

## 化学物質の環境濃度に関する研究

高島輝男, 鈴木崇稔

## 要 旨

2009年にPOPs条約において、廃絶・制限の対象物質とすることが決定されたPFOS及び類似物質であるPFOAについて、2012年から2014年に岐阜県の河川水を採取し分析調査を行った。その結果、43地点中25地点でPFOS又はPFOAが検出された。河川水中のPFOS・PFOA最高濃度は、桑原川桑原橋において、それぞれ11200 pg/L, 9820 pg/Lであった。参考としてアメリカ環境保護庁(EPA)における飲料水に関する暫定健康勧告値(PFOS: 200000 pg/L, PFOA: 400000 pg/L)<sup>1)</sup>の約1/20, 1/40であり、勧告値と比較すると岐阜県における環境濃度は低い値である。

平成24年度に実施された河川の要調査項目等存在状況調査<sup>2)</sup>におけるPFOS・PFOA測定結果と比較したところ、PFOS, PFOA共に濃度が全国の中央値を超えた試料は46試料中2試料であった。桑原川桑原橋のPFOS濃度は全国最大値を超えた。

キーワード：特定化学物質, PFOS, PFOA, 河川, 環境濃度, 液体クロマトグラフ質量分析計

## 1 はじめに

ペルフルオロオクタンスルホン酸(Perfluorooctane sulfonate: PFOS)は、2009年に残留性有機汚染物質に関するストックホルム条約(POPs条約)において、廃絶・制限の対象物質とすることが決定された。強い撥水性、撥油性、化学的安定性、熱安定性、耐薬品性、非粘着性などの性質を有することから、半導体用反射防止剤、金属メッキ処理剤、泡消化薬剤、写真フィルム又は印画紙、航空機用の作動油、紡糸用処理剤、金属用又は半導体用のエッチング剤、工業用の研磨剤、防虫剤などとして幅広く用いられてきたが、難分解性、生物蓄積性、長距離移動性という点から人の健康又は環境への悪影響が懸念される物質である。<sup>3)</sup>

その後、2010年4月に化学物質の審査及び製造等の規則に関する法律施行令(化審法施行令)が改正され、PFOSが第一種特定化学物質に追加されたが、環境基準値が定まっていない。

そこでPFOS及び類似物質であるペルフルオロオクタンスルホン酸(PFOA)の分析条件を決定し、岐阜県の河川・湖沼における濃度の実態を把握した。

## 2 実験方法

## 2.1 サンプリング

ポリプロピレン製500 mLボトルを用いて岐阜県の河川1地点につき1Lの採水を行った。伊自良湖底層のサンプルについてはバンドーン採水器(離合社製

5026A型)によって採水した。H27年度は29地点サンプリングした。H26年度及びH25年度の河川水サンプルは3Lガラス製ガロンビンに入れて、冷暗所にて保存されていた16試料を使用した。

## 2.2 試薬

標準として、Wellington製のPFOS(L-PFOS 50 µg/mL)及びPFOA(50 µg/mL)を用い、250pg/µL PFOS・PFOA混合溶液(水:メタノール=1:1)を調製した。サロゲート物質(PFOS-<sup>13</sup>C<sub>4</sub>, PFOA-<sup>13</sup>C<sub>2</sub>)として、Wellington製のラベル化標準試薬MPFOS(50 µg/mL)及びMPFOA(50 µg/mL)を用い、250pg/µL MPFOS・MPFOAサロゲート溶液(水:メタノール=1:1)を調製した。

上記試薬を水:メタノール(1:1)で希釈し、検量線用スタンダード溶液5種を調製した(PFOS・PFOA濃度:1.0, 5.0, 10, 25, 50pg/µL, MPFOS・MPFOA濃度:10pg/µL)。

試薬の調製に関東化学製の酢酸アンモニウム(特級)・アンモニア水(特級)・メタノール(特級)及び和光純薬工業製の酢酸(特級)を使用した。

## 2.3.1 試料の前処理

固相抽出カラム(Waters製Oasis WAX 6cc)に0.1%アンモニア/メタノール溶液10 mL, メタノール10 mL, 精製水5 mLの順に通し、コンディショニングを行った。試料水500 mL又は1000 mLに対しサロゲート溶液

40  $\mu\text{L}$  を添加して、固相抽出カラムに通し、通気乾燥を2 min 行った。25mM 酢酸緩衝液(pH4)4 mL を通し、通気乾燥を2 min 行った。まず、メタノール4 mL を用いて溶出させ、次に0.1%アンモニア/メタノール4 mL を用いて溶出させた。窒素吹き付けによって乾固直前まで濃縮した後、1:1水/メタノールにて500  $\mu\text{L}$  にメスアップした。

### 2.3.2 試料の分析

試料は高速液体クロマトグラフ質量分析計(Agilent 1100series LC/MSD)を用い、SCAN 測定によって同定と確認を行った後、SIM 測定により定量した。LC 条件を表1に示す。

表1 LC 条件

カラム	Waters製 xBridge C18(3.5 $\mu\text{m}$ , 2.1x150 mm)						
移動相	A(5mM 酢酸アンモニウム)B(アセトニトリル)						
Gradient	Time(min)	0	48	5	65	66	12
	A液(%)	70	30	10	10	70	70
	B液(%)	30	70	90	90	30	30
流速	0.3 mL/min						
カラム温度	40 $^{\circ}\text{C}$						
注入量	10 $\mu\text{L}$						

## 3 結果と考察

### 3.1 モニターイオン

PFOS, PFOA の SCAN 結果を図1, 2に示す。PFOS においては  $m/z=498.9$  に強いピークが確認された。一方、PFOA では  $m/z=412.9$  及び  $m/z=368.9$  にピークが確認できた。SIM 測定において PFOS は  $m/z=498.9$  を、PFOA は  $m/z=412.9$  のピークを用いた。同様に、MPFOS は  $m/z=502.9$  を、MPFOA は  $m/z=416.9$  を用いた。

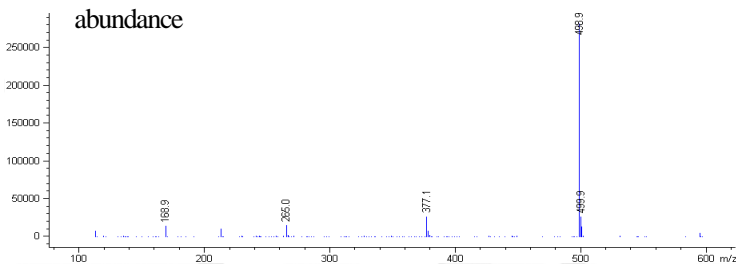


図1 PFOS 測定結果(SCAN)

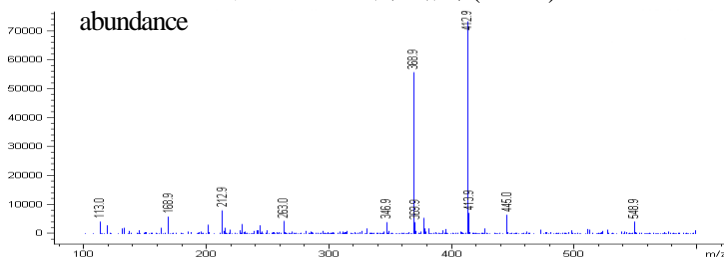


図2 PFOA 測定結果(SCAN)

### 3.2 SIM 測定

250 pg/ $\mu\text{L}$  PFOS・PFOA 混合溶液の SIM 測定結果 ( $m/z=498.9$ ,  $m/z=412.9$ )を図3に、水:メタノール=1:1の溶液をブランクとして分析した結果を図4に示す。混合溶液は PFOS・PFOA のピークが分離され、ブランク中に PFOS・PFOA のピークは検出されなかった。

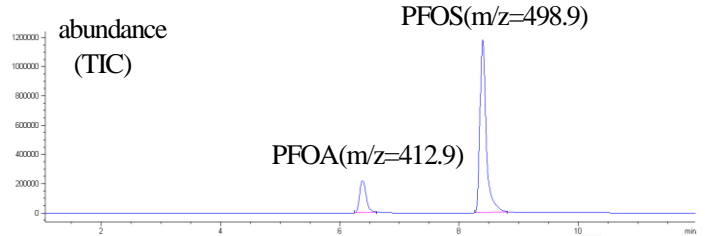


図3 250 pg/ $\mu\text{L}$  PFOS・PFOA 混合溶液測定結果(SIM)

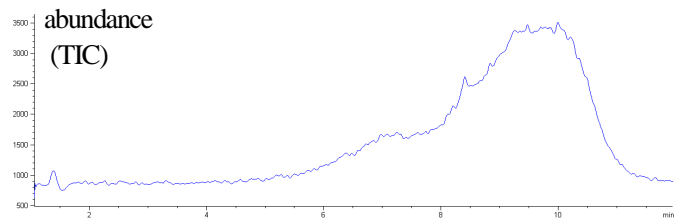


図4 ブランク測定結果(SIM)  $m/z=498.9$ ,  $m/z=412.9$

### 3.3 添加回収試験

イオン交換水 500 mL に、250 pg/ $\mu\text{L}$  PFOS・PFOA 混合溶液 10  $\mu\text{L}$  及びサロゲート溶液 40  $\mu\text{L}$  を添加し、PFOS・PFOA の添加回収試験を行った。結果を表2に示す。サロゲート回収率は50%から120%の範囲<sup>4)</sup>を満たした。

表2 PFOS・PFOA の添加回収試験結果

	PFOS	PFOA
定量測定値(pg)	2460	2630
サロゲート回収率(%)	74.2	80.5

### 3.4 検出下限値及び定量下限値

検量線用スタンダード標準液(1 pg/ $\mu\text{L}$ )を5回測定し、その標準偏差( $\sigma$ )から検出下限値( $3\sigma$ )及び定量下限値( $10\sigma$ )を算出した。PFOS 及び PFOA の1回の注入量は両方共5 pg(5  $\mu\text{L}$ )である。結果を表3に示す。試料における検出下限及び定量下限は次式にて算出した<sup>4)</sup>。

試料換算値( $\text{ng/L}$ )

$$= \text{下限値}(\text{pg}) \times \text{最終液量}(\text{mL}) / \text{装置注入量}(\mu\text{L}) / \text{試料量}(\text{L})$$

表3 PFOS・PFOA の検出下限値・定量下限値

	PFOS	PFOA
検出下限値(pg)	0.200	0.760
定量下限値(pg)	0.667	2.53

### 3.5 分析結果及び考察

各河川及び伊自良湖の試料分析を行った。サンプリ

ング地点を図5に、分析結果を表4、図6から図8に示す。PFOS、PFOAは46試料中それぞれ、21、23試料で検出された。最高値は桑原川(No.37)におけるPFOS 11200 pg/L、PFOA 9820 pg/Lであったが、アメリカ環境保護庁(EPA)における飲料水に関する暫定健康勧告値 (PFOS : 200000 pg/L、PFOA : 400000 pg/L)<sup>1)</sup>の約1/20、1/40であった。

分析結果より上流と下流のPFOS・PFOA濃度の関係は、上流より下流の濃度が低い、上流と下流の濃度がほぼ同じ、上流より下流の濃度が高い場合の3種類に分類できた。

牧田川(No.9)は上流河川(No.6-8)が合流し、木曾川(No.23)は上流河川(No.21、22)が合流している。どちらも上流より下流の濃度が低かった。合流により流量が多くなり希釈され、下流の濃度が低くなる場合があるものと考えられる。

土岐川(No.28)の約5.1 km上流で小里川(No.27)が合流し、上流(No.27)と下流(No.28)の濃度がほぼ同じであった。土岐川水系(No.27-30)は調査したどの地点の河川水にもPFOS・PFOAが微量含まれていた。

津屋川(No.10)は上流河川(No.1-5)が合流し、津保川(No.36)は上流河川(No.34-35)が合流する。どちらの地点も上流より下流の濃度が高かった。

PFOS・PFOAが共に検出された試料では、桑原川(No.37)及び新境川(No.26)を除きPFOSよりPFOAの濃度が高く検出された。全国的にこの傾向がありフッ素樹脂等を製造する際に、PFOAを介するテロメリゼーション法を用いているためであるものと考えられている<sup>5)</sup>。桑原川(No.37)のPFOS濃度はPFOA濃度の約1.1倍、新境川(No.26)PFOS濃度はPFOA濃度の約13倍であった。

平成24年度に全国で実施された河川の要調査項目等存在状況調査<sup>2)</sup>によると、PFOSの最大値9800 pg/L、中央値1200 pg/Lであり、PFOAの最大値110000 pg/L、中央値2300 pg/Lである。PFOS濃度が全国の中央値を超えた試料は46試料中2試料(No.37、26)であった。PFOAの濃度が全国の中央値を超えた試料は46試料中2試料(No.24、37)であった。桑原川(No.37)のPFOS濃度は全国最大値を超えた。

#### 4 まとめ

LC/MSを用いて岐阜県内の河川等におけるPFOS・PFOA分析・調査を行った結果、46試料中25試料から検出されたが、最も濃度が高い桑原川(No.37)においてもEPAにおける飲料水に関する暫定健康勧告値<sup>1)</sup>より低かった。

PFOS濃度よりPFOA濃度が高い地点が多いが、2

地点(桑原川No.37・新境川No.26)は逆の傾向であった。

表4 採取地点とPFOS・PFOA濃度

No.	水系	地点名	PFOS (pg/L)	PFOA (pg/L)
1	揖斐川	H26 三水川三水川橋	321	1050
2		H27 奥いび湖大橋	(72.7)	(421)
3		H26 粕川脛永橋	<20.0	<76.0
4		H27 粕川脛永橋	<40.0	<152
5		H27 粕川上流虹のかまがし	<40.0	<152
6		H26 牧田川一之瀬橋	<20.0	274
7		H27 牧田川和田橋	(62.4)	(322)
8		H27 藤古川萩原橋	241	985
9		H27 牧田川広瀬橋下流	(79.6)	<152
10		H26 津屋川福岡大橋夏	1150	2000
11	飛騨川	H27 飛騨川	<80.0	<304
12		H27 門和佐川三光橋	<80.0	<304
13		H27 前山川	<50.0	<190
14		H27 白川平成橋	<80.0	<304
15		H26 黒川岩穴橋	<20.0	305
16		H27 葛屋川第二号橋	<66.7	<253
17		H27 飛騨川山川橋	<40.0	<152
18	木曾川	H27 木曾川雨乞石橋	<40.0	<152
19		H27 落合川恵の裾橋	<100	<380
20		H27 中津川ももやまおおほし	<40.0	<152
21		H25 中津川本川合流前	281	880
22		H27 岩村川山王橋	163	(433)
23		H27 木曾川笠置橋	<40.0	(202)
24		H27 可児川木下橋	735	3260
25		H26 可児川鳥屋場橋	844	1860
26		H25 新境川東泉橋	2490	(190)
27		庄内川 (土岐川)	H27 小里川はらこ橋	(252)
28	H27 土岐川三共橋		226	2170
29	H27 妻木川栄楽橋上流		825	2240
30	H25 妻木川御幸橋		(44.8)	1570
31	長良川	H27 板倉川恩地橋	<40.0	<152
32		H25 板取川長瀬橋	(21.2)	<76.0
33		H26 武儀川南武芸橋	118	(122)
34		H27 川浦川滝田橋	<133	(596)
35		H27 津保川津保川橋	174	(404)
36		H26 津保川桜橋	661	1290
37		H26 桑原川桑原橋夏	11200	9820
38	神通川 (宮川)	H27 大八賀川曙橋	<100	<380
39		H25 小八賀川本川合流前	<20.0	<76.0
40		H25 宮川宮城橋	(20.3)	(172)
41	庄川	H27 高原川藤波橋	<40.0	<152
42		H27 御手洗川源助橋	<40.0	<152
43		H27 庄川戸島橋	<40.0	<152
44	矢作川	H25 阿妻川本川合流前	<20.0	<76.0
45	湖沼	H27 伊自良湖表層	<40.0	<152
46		H27 伊自良湖底層	<40.0	<152

( ) 内の数値は検出下限以上、定量下限未満を示す

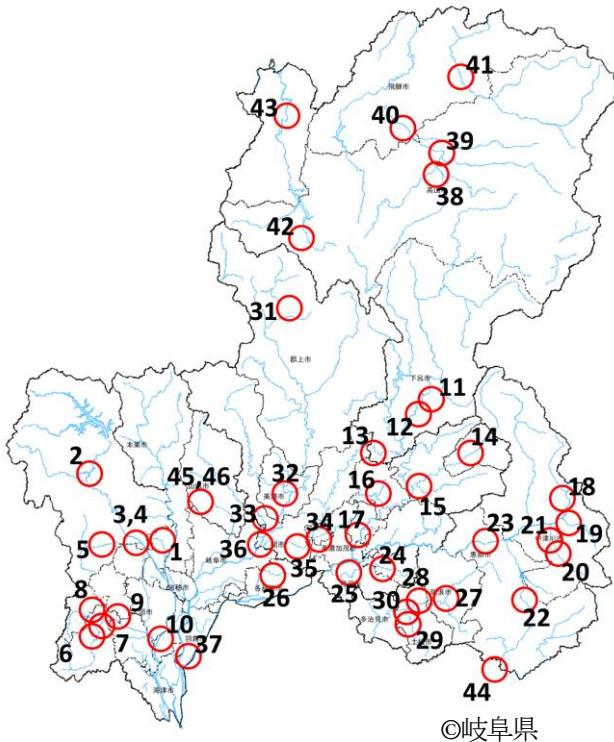


図5 サンプルング地点マップ

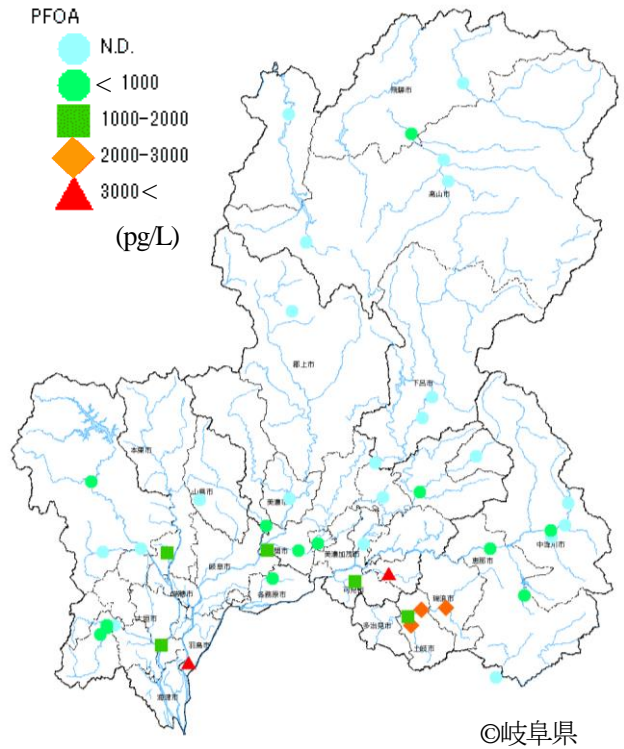


図7 PFOA 分析結果マップ

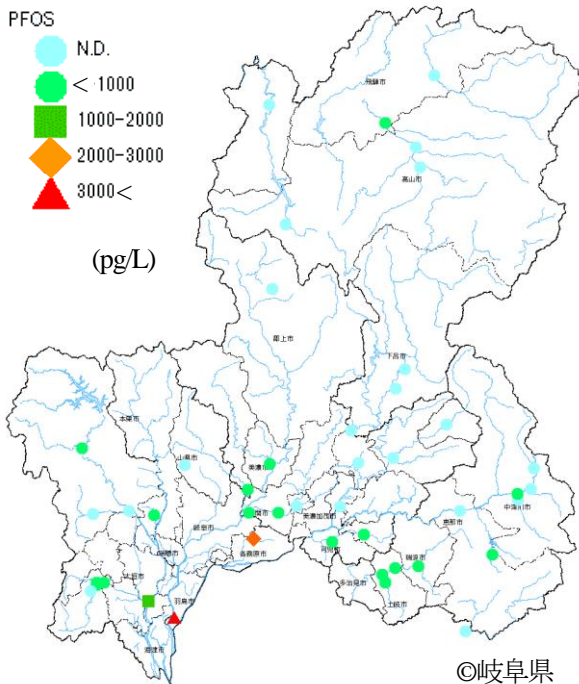


図6 PFOS 分析結果マップ

### 5 参考文献

- 1) アメリカ環境保護庁(EPA), [http://water.epa.gov/action/advisories/drinking/upload/2009\\_01\\_15\\_criteria\\_drinking\\_upload-PFOA\\_PFOS.pdf](http://water.epa.gov/action/advisories/drinking/upload/2009_01_15_criteria_drinking_upload-PFOA_PFOS.pdf)
- 2) 環境省, 要調査項目等存在状況調査結果, [https://www.env.go.jp/water/chosa/h24\\_r1.pdf](https://www.env.go.jp/water/chosa/h24_r1.pdf)
- 3) 環境省, 国内動向について(PFOS), [http://www.env.go.jp/council/09water/y095-13/mat07\\_2.pdf](http://www.env.go.jp/council/09water/y095-13/mat07_2.pdf)
- 4) 環境省, 化学物質環境実態調査の手引き(平成20年度版)
- 5) 小高良介, 益永茂樹: 東京湾におけるフッ素系海面活性剤(PFOS と PFOA)の環境挙動解明, 第13回環境化学討論会講演要旨集, 686-687, 2004.
- 6) 小川綾子, 三木崇, 古川昌範, 坪川博之: 有機フッ素化合物(PFOS・PFOA)の実態解明に関する調査研究, 福井県衛生環境研究センター年報, 56-57, 2010.

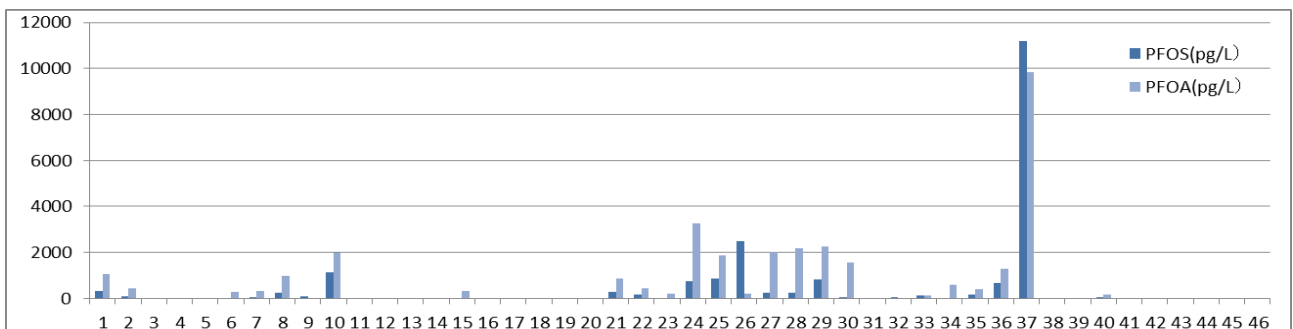


図8 地点毎のPFOS・PFOA濃度

地点No.

## Study on Environmental Concentrations of Chemical Substances

Teruo TAKASHIMA, Takatoshi SUZUKI

*Gifu Prefectural Research Institute for Health and Environmental Sciences:  
1-1, Naka-fudogaoka, Kakamigahara, Gifu, 504-0838, Japan.*



## 資 料

液体クロマトグラフィー・高分解能 Orbitrap 質量分析法による  
牛乳中のテトラサイクリン系抗生物質の定量分析

南谷臣昭, 坂本友佳, 永井宏幸, 後藤黄太郎

## 要 旨

牛乳中に残留するテトラサイクリン系抗生物質を, 高分解能 Orbitrap 質量分析計を用いて定量する分析法を検討し, その妥当性評価を行った. 食品中の残留物質の分析には, トリプル四重極質量分析計が最も汎用されているが, 今回, 厚生労働省通知の試験法により試験溶液を調製して, 高分解能 Orbitrap 質量分析法により定量分析を行った. 厚生労働省通知のガイドラインに従い, 1日2併行, 5日間の添加回収試験により, 試験法の妥当性を評価したところ, 分析対象の3化合物で, 真度が78~80%, 併行精度が5%以下, 室内精度が10%以下となり, 良好な結果が得られた. また, ブランク試料のクロマトグラムにはノイズがほとんど見られず, 極めて高い選択性を示した. 定量限界は0.01 mg/kgを設定することが可能であった.

キーワード: 牛乳, テトラサイクリン系抗生物質, 高分解能 Orbitrap 質量分析法, 妥当性評価

## 1 はじめに

オキシテトラサイクリン (OTC), クロルテトラサイクリン (CTC) 及びテトラサイクリン (TC) は, 多くのグラム陽性菌及び陰性菌をはじめ, マイコプラズマ, クラミジア及びリケッチアなどに対して有効な, 広域スペクトル抗生物質である. 日本では, 動物用医薬品として, 牛, 豚, 鶏, 魚類等を対象に, OTC と CTC の塩酸塩が飼料添加剤や注射剤等で承認されている.

日本を初め, JECFA や EMEA の ADI は, テトラサイクリン類の微生物学的影響を考慮して設定されており, 過去に調査されたヒト腸内細菌叢に耐性菌を生じさせない量をもとに, OTC, CTC 及び TC の単独又は和として, 0.03 mg/kg 体重/日と設定されている<sup>1)</sup>. 牛乳中の基準値は, これに残留試験の結果を加味して, OTC, CTC 及び TC の総和で, 0.1 mg/kg が設定されている.

畜水産物に残留するテトラサイクリン類の分析法としては, 厚生労働省から個別試験法が通知されている<sup>2)</sup>. この試験法は, マグネシウムイオンを含むイミダゾール緩衝液を移動相とする液体クロマトグラフィーにより, 蛍光検出法で定量する方法である. しかし, 近年, 液体クロマトグラフ質量分析計 (LC-MS あるいは LC-MS/MS) の普及により, 質量分析計を用いて定

量する分析法が多く開発されている<sup>3)-5)</sup>. 特に, トリプル四重極 (QqQ) によるタンデム質量分析法は, 検出感度と特異性に優れた方法であり, 多成分同時分析法としても広く用いられている.

今回我々は, 高分解能 Orbitrap 質量分析計による精密質量分析により定量する方法を検討した. テトラサイクリン系抗生物質3化合物を対象に, 個別試験法の前処理により試験溶液を調製した. 個別試験法の定量限界 (OTC, TC : 0.02 mg/kg, CTC : 0.03 mg/kg) 濃度における添加回収試験を実施し, 厚生労働省通知のガイドライン<sup>6)</sup>に基づく妥当性評価を行い, 選択性, 真度, 併行精度, 室内精度, 定量限界のパラメータを求め, ガイドラインの目標値に適合していることを確認した.

## 2 実験方法

## 2.1 試料

添加回収用試料として, 岐阜県内の小売店で販売されていた牛乳 (無脂乳固形分 8.3% 以上, 乳脂肪分 3.6% 以上) を用いた. 事前に試験対象であるテトラサイクリン類が含まれていないことを確認して用いた.

## 2.2 試薬・試液

標準品は, 和光純薬工業 (株) 製の高速液体クロマトグラフィー用のオキシテトラサイクリン塩酸塩標準

品(純度 98.0%以上), クロルテトラサイクリン塩酸塩標準品(純度 98.0%以上), テトラサイクリン塩酸塩標準品(純度 99.0%以上)を用いた。各標準品を 1,000  $\mu\text{g/mL}$  となるようにメタノールに溶解して標準原液を調製した。3種の標準原液を混合して, メタノールで希釈し, 1  $\mu\text{g/mL}$  としたものを混合標準溶液とした。

試験溶液の調製に用いた, エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物(EDTA), クエン酸及びリン酸二ナトリウムは和光純薬工業(株)製の特級を, *n*-ヘキサンは和光純薬工業(株)製の残留農薬試験用を, メタノールは和光純薬工業(株)製の LC-MS 用を用いた。液体クロマトグラフィーの移動相に用いたアセトニトリル及びギ酸は, 和光純薬工業(株)製の LC-MS 用を用いた。

スチレンジビニルベンゼン共重合体ミニカラムは Waters 社製の Sep-Pak Plus PS-2 (265 mg) を用いた。試験溶液を入れるバイアルは, Agilent 社製のポリプロピレン(PP)製バイアル(1 mL)を用いた。

## 2.3 装置および測定条件

### 2.3.1 装置

高速液体クロマトグラフ: 島津製作所(株)製 LC-30 シリーズ(Nexera X2)

質量分析装置: Thermo Fisher Scientific 社製 Q-Exactive Plus

### 2.3.2 LC 条件

カラム: (財)化学物質評価研究機構製 L-column2 ODS (2.1 $\times$ 150 mm, 3  $\mu\text{m}$ ), カラム温度: 40 $^{\circ}\text{C}$ , 注入量: 5  $\mu\text{L}$ , 移動相: A 液 0.1%ギ酸, B 液アセトニトリル, 移動相流速: 0.2 mL/分, グラジエント条件: 0 分(A:B=95:5)  $\rightarrow$  10 分(A:B=50:50)  $\rightarrow$  15 分(A:B=5:95)  $\rightarrow$  20 分(A:B=5:95)  $\rightarrow$  20.1 分(A:B=95:5)  $\rightarrow$  30 分(A:B=95:5), 保持時間: 7.4 分(OTC), 7.7 分(TC), 8.6 分(CTC)

### 2.3.3 MS 条件

イオン化モード: エレクトロスプレーイオン化法ポジティブモード(ESI(+)), スプレー電圧: 4.4 kV, シースガス圧: 30 arb, Aux ガス圧: 5 arb, キャピラリー温度: 250 $^{\circ}\text{C}$ , ベーポライザー温度: 300 $^{\circ}\text{C}$ , RF-レンズレベル: 50

測定モード: t-SIM (四重極による質量範囲の絞り込みと Orbitrap によるスキャン), アイソレーションウィンドウ(四重極): 4.0  $m/z$ , 分解能: 140,000 (FWHM) @  $m/z$  200, AGC ターゲット:  $5e^5$ , Maximum IT: 100 ms

## 2.4 試験溶液の調製

厚生労働省通知の個別試験法に従って行った<sup>2)</sup>。

### 2.4.1 抽出

牛乳 5 g を量り採り, EDTA 含クエン酸緩衝液 30 mL

及び *n*-ヘキサン 20 mL を加え, 振とう機を用いて 5 分間激しく振り混ぜた後, 3000 rpm で 10 分間遠心分離して水層を分取した。

### 2.4.2 精製

スチレンジビニルベンゼン共重合体ミニカラム(Sep-Pak Plus PS-2)にメタノール 10 mL, 水 10 mL, 飽和 EDTA 溶液 5 mL を順次注入し, 流出液は捨てた。このカラムに, 2.4.1 抽出で得られた水層を注入した後, 水 10 mL を注入し流出液は捨てた。このカラムにメタノール 10 mL を注入し全溶出液を採り, 減圧下で溶媒を除去した後, 残留物をアセトニトリル・水(1:9)混液に溶解してメスフラスコで 10 mL に定容したものを, PP 製バイアルに移し替えて試験溶液とした。(0.5 g sample/mL)

## 2.5 定量

1  $\mu\text{g/mL}$  混合標準溶液を 1 mL 採取し, 水で希釈して 10 mL に定容して, 100 ng/mL の標準溶液を調製した。さらにこれを, アセトニトリル・水(1:9)混液で希釈して, 検量線用の標準溶液を調製した(1.0, 2.0, 5.0, 10, 20, 50 ng/mL の 6 濃度)。標準溶液も, 試験溶液と同様に PP 製バイアルに移し替えた。これを 5  $\mu\text{L}$  注入してピーク面積法により検量線を作成し, 絶対検量線法により濃度を求めた。

解析対象としたクロマトグラムは, 各化合物のプロトン付加分子の精密質量(OTC:  $m/z$  461.1554,  $m/z$  CTC: 479.1215,  $m/z$  TC: 445.1605)の  $\pm 10\text{ppm}$  をマストランス(質量抽出幅)とする, 抽出イオンクロマトグラム(EIC)を用いた。

## 2.6 添加回収試験及び妥当性評価

牛乳 5 g に, OTC 及び TC 0.2  $\mu\text{g/mL}$ , CTC 0.3  $\mu\text{g/mL}$  を含む混合標準溶液を 0.5 mL 添加して添加試料とした(試料中濃度 OTC 及び TC: 0.02 mg/kg, CTC: 0.03 mg/kg)。

本試験法の妥当性を評価するため, 1 日 2 併行の添加回収試験を 5 日間実施し, 全体の平均値から真度(%)を, 一元配置の分散分析により併行精度(RSD%)と室内精度(RSD%)を求めた。また, ブランク試料を, 2.4 試験溶液の調製に従って調製した試験溶液のクロマトグラム上の妨害ピークをもとに, 選択性を評価した。これらの結果を, 厚生労働省通知の妥当性評価ガイドライン<sup>9)</sup>に示された目標値と比較した。

## 2.7 試料マトリックスの測定への影響

ブランク試料を, 2.4 試験溶液の調製に従い調製し, 添加回収試験における回収率 100%相当濃度の標準液 10 mL に溶解して, マトリックス標準溶液とした。同濃度の溶媒標準溶液のピーク面積に対するマトリックス

ス標準溶液のピーク面積の比を求めて試料マトリックスの測定への影響を評価した。

### 3 結果および考察

#### 3.1 TC 及び CTC の異性化

今回の検討では当初、試験溶液を入れるバイアルにガラス製バイアルを使用していた。しかし、TC 及び CTC の保持時間の前に、TC 及び CTC のプロトン付加分子と同一の精密質量を持つ、異性体と見られるピークが観察された (図1, 保持時間: 7.2分 (TC の異性体), 7.9分 (CTC の異性体))。特に CTC の標準溶液では異性体のピークが大きかった。

CTC は、微酸性 (pH 2-6) 溶液中でエピマー化して、4-epi-CTC を形成することが知られている<sup>7)</sup>。今回は、不活性処理済みのガラス製バイアルを用いたが、試験溶液の溶媒に水を多く含んでいたため、ガラス表面に残存するシラノール基の影響により、エピマー化が進行したと推察された。

そこで、バイアルを PP 製のものに変更したところ、異性化の進行を抑えることができ、良好なクロマトグラムが得られた (図3, (C))。

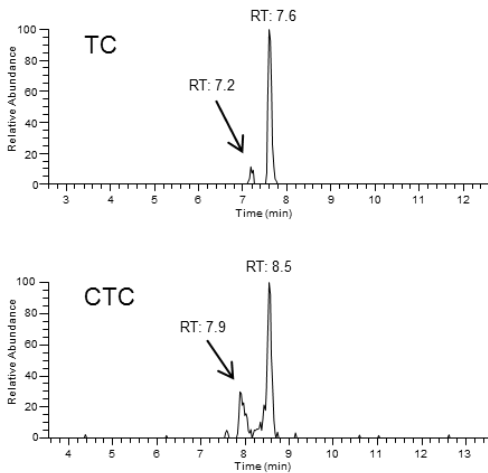


図1. TC 及び CTC の抽出イオンクロマトグラフ  
上段: TC ( $m/z$  445.1560-445.1650), 下段: CTC ( $m/z$  479.1167-479.1263), 牛乳添加試料の抽出溶液, ガラス製バイアル使用

#### 3.2 LC の測定条件

石井らは、リーディングする傾向にある CTC のピーク形状を改善するのに、L-column ODS が有効であるこ

とを報告している<sup>3)</sup>。今回使用した L-column2 ODS は、L-column ODS に比べ、残存シラノールをより高度にエンドキャッピングした担体を使用しており、CTC のピーク形状は良好であった。

#### 3.3 選択性, 検量線及び定量限界

Orbitrap 質量分析計による定量分析においては、QqQ 型質量分析計で必要となる SRM 条件の最適化を行う必要がなく、Orbitrap のフルスキャンモードによる測定結果から、プロトン付加分子などの精密質量の抽出イオンクロマトグラムを得ることにより、QqQ 型検出器と同様な選択性の高い結果を得ることが可能となる<sup>8)</sup>。

ブランク試料のクロマトグラムを図3に示す。各化合物の精密質量の  $\pm 10$ ppm の抽出イオンクロマトグラムにおいては、妨害ピークはおろか、ノイズがほとんど見られず、OTC と CTC でわずかにスパイクノイズが見られるのみであり、極めて良好な選択性を示した。

検量線を図2に示す。検量線に用いた、1~50 ng/mL の範囲において、決定係数 ( $r^2$ ) はいずれの化合物においても 0.995 以上となり、良好な直線性を示した。

定量限界の目標値は、基準値の 1/10 である 0.01 mg/kg とした。定量限界相当濃度の標準溶液 (5 ng/mL) のクロマトグラムは、十分な感度を有していたことから、定量限界として 0.01 mg/kg が設定可能であった。

#### 3.4 真度及び精度

個別試験法の定量限界 (OTC, TC : 0.02 mg/kg, CTC : 0.03 mg/kg) に相当する濃度における添加回収試験から求められた、真度、併行精度及び室内精度の結果を表1に示す。

真度は、妥当性評価ガイドラインの目標値である 70~120% の範囲内となり、良好な結果が得られた。マトリックス標準溶液とその濃度に相当する溶媒標準溶液の比 (百分率) は、OTC が 94%, TC が 98%, CTC が 97% となり、試料マトリックスの測定への影響はほとんど見られなかった。

併行精度は、いずれの化合物も 5% 以内、室内精度はいずれの化合物も 10% 以内となり、妥当性評価ガイドラインの目標値である 15% 以内、20% 以内を十分に満たしていた。

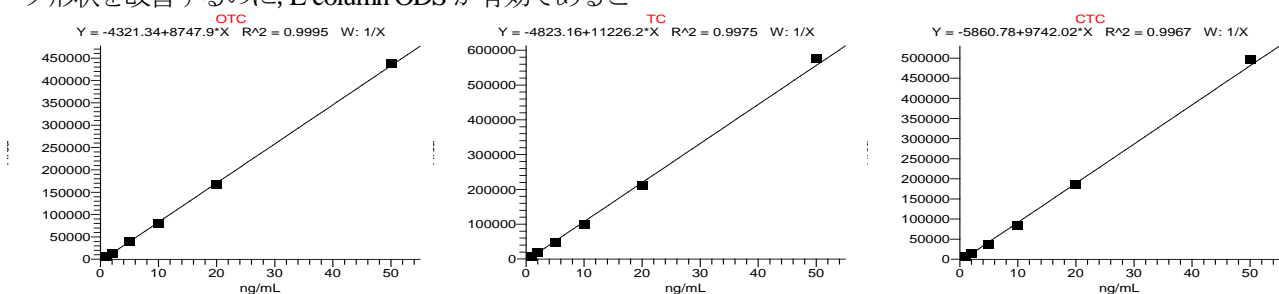


図2. 検量線 (左: OTC ( $r^2=0.9995$ ), 中央: TC ( $r^2=0.9975$ ), 右: CTC ( $r^2=0.9967$ ))

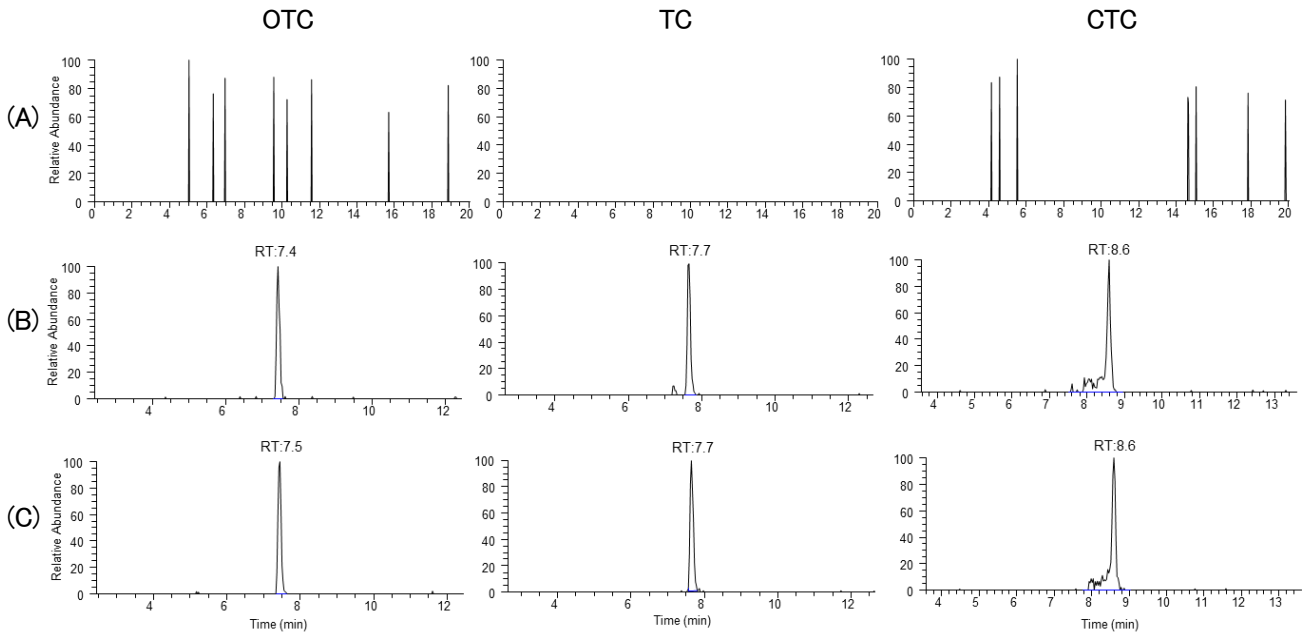


図3. 抽出イオンクロマトグラム (左列: OTC ( $m/z$  461.1508-461.1600), 中央列: TC ( $m/z$  445.1560-445.1650), 右列: CTC ( $m/z$  479.1167-479.1263))  
 (A) 牛乳ブランク試料の抽出溶液, (B) 牛乳添加試料の抽出溶液 (添加濃度 OTC, TC : 0.02 mg/kg, CTC : 0.03 mg/kg), (C) 標準溶液 (OTC, TC : 10 ng/mL, CTC : 15 ng/mL)

表1. 真度, 併行精度及び室内精度の結果

	真度 (%)	併行精度 (RSD%)	室内精度 (RSD%)
OTC	80.2	3.2	7.3
TC	79.4	4.7	6.3
CTC	78.0	4.3	6.6

#### 4 まとめ

牛乳中のテトラサイクリン系抗生物質を, 高分解能 Orbitrap 質量分析計による精密質量分析により実施する方法を検討した。

Orbitrap 質量分析計のフルスキャンモードによる測定結果から, テトラサイクリンのプロトン付加分子の精密質量 $\pm 10$ ppmの抽出イオンクロマトグラムを得ることにより, 極めて高い選択性が得られた。標準溶液の測定結果から, 定量限界は, 基準値の 1/10 である 0.01 mg/kg を設定することが可能であった。

添加回収試験の結果, 真度及び精度は妥当性評価ガイドラインの目標値に適合していた。また, 試料マトリックスの測定における影響は見られなかった。

Orbitrap 質量分析計による定量分析は, 現在汎用されている QqQ 質量分析計と同様に, 行政検査に用いることが十分に可能であることが示された。今回は, テトラサイクリン類のプロトン付加分子のモノイソトピック質量を対象とした定量分析を実施したが,

Orbitrap 質量分析計の強みは, 精密質量による成分の同定能力にある。今後は, 同位体ピークの理論比との比較も加味して, 成分の同定能力をさらに強化した分析系の構築を行う必要がある。

#### 文 献

- 1) 内閣府食品安全委員会委員長通知: 食品健康影響評価の結果の通知について, 平成24年11月5日, 府食第969号, 2012.
- 2) 厚生労働省医薬食品局食品安全部長通知: 食品に残留する農薬, 飼料添加物又は動物用医薬品の成分である物質の試験法, 平成17年1月24日, 食安発第0124001号, 2005.
- 3) Ishii R., Horie M., Murayama M., Maitani T.: Analysis of tetracyclines in honey and royal jelly by LC-MS/MS, *Shokuhin Eiseigaku Zasshi*, 47, 277-283, 2006.
- 4) Kanda M., Kusano T., Osanai T., Ushiyama K., Takeba K., Sakamoto M., Hayashi H., Igusa K., Ibe A., Nagayama T.: Rapid Determination of Residues of 4 tetracyclines in Meat by a microbiological screening, HPLC and LC/MS/MS, *Shokuhin Eiseigaku Zasshi*, 49, 37-44, 2008.
- 5) Bogialli, S., Curini, R., Di, Corcia, A., Lagana, A., Rizuti, G: A rapid confirmatory method for analyzing tetracycline antibiotics in bovine, swine, and poultry muscle tissues, *J. Agric. Food Chem.*, 54, 1564-1570, 2006.

- 6) 厚生労働省医薬食品局食品安全部長通知：食品中に残留する農薬等に関する試験法の妥当性評価ガイドラインについて，平成 22 年 12 月 24 日，食安発第 1224001 号，2010.
- 7) Kennedy, D. G, McCracken, R. J., Carey, M. P., Blachflower, W. J., Hewitt, S. A.: Iso- and epi-iso-chlortetracycline are the principal metabolites of chlortetracycline in the hen's egg. *J. Chromatogr. A*, 812, 327-337, 1998.
- 8) Gomez-Perez M. L., Plaza-Bolanos P., Romero-Gonzalez R. Martinez-Vidal J. L.: Comprehensive qualitative and quantitative determination of pesticides and veterinary drugs in honey using liquid chromatography-Orbitrap high resolution mass spectrometry, *J. Chromatogr. A*, 1248, 130-138, 2012.

Quantitative determination of tetracycline antibiotics in milk using liquid chromatography-Orbitrap high resolution mass spectrometry

Tomiaki MINATANI, Yuka Sakamoto, Hiroyuki NAGAI, Kotarou GOTO

*Gifu Prefectural Research Institute for Health and Environmental Sciences:*  
*1-1, Naka-fudogaoka, Kakamigahara, Gifu, 504-0838, Japan.*

## Ⅱ 他誌掲載・学会発表

## 1 他誌掲載論文

該当なし

## 2 学会等発表

### ○岐阜県および名古屋市で採取した微小粒子組成の特徴

三原利之, 金森信厚 (岐阜県保健環境研究所), 池盛文数 (名古屋市環境科学調査センター)  
第55回 大気環境学会年会, 2014年9月, 松山市

### ○岐阜県リアルタイム感染症サーベイランスシステムにおけるインフルエンザサーベイランス

酢谷奈津 (岐阜県保健環境研究所)  
平成26年度地方衛生研究所全国協議会東海北陸支部環境保健部会, 2014年10月, 津市

### ○中毒を起こしたアマチャに含まれるジョウザンアルカロイドの分析

南谷臣昭, 永井宏幸, 坂本友佳, 後藤黄太郎 (岐阜県保健環境研究所), 渡会達哉, 田中稔幸 (岐阜薬科大学), 濱坂友子 (サーモフィッシャーサイエンティフィック (株))  
平成26年度地方衛生研究所全国協議会近畿支部自然毒部会, 2014年11月, 和歌山市

### ○OLC-MS/MSによる新たな農産物中残留農薬分析法の妥当性評価—酸性農薬を含む一斉試験法—

南谷臣昭, 永井宏幸, 坂本友佳, 後藤黄太郎 (岐阜県保健環境研究所)  
第51回全国衛生化学技術協議会年会, 2014年11月, 別府市

### ○岐阜県における危険ドラッグ問題への取り組みについて

神山恵理奈 (岐阜県保健環境研究所)  
第51回全国衛生化学技術協議会年会, 2014年11月, 別府市

### ○岐阜県家庭用品試買検査事業における繊維製品の不適合事例について

筑本貴郎, 神山恵理奈, 多田裕之, 堀内正 (岐阜県保健環境研究所)  
第47回東海薬剤師学術大会, 2014年11月, 静岡市

### ○浴槽水のレジオネラ属菌迅速検査法の検討について

酢谷奈津 (岐阜県保健環境研究所)  
平成26年度東海北陸ブロック環境衛生監視員研修会, 2015年1月, 岐阜市

### ○最近10年間に実施した衛生害虫等の同定検査について

神山恵理奈, 筑本貴郎, 多田裕之, 堀内正 (岐阜県保健環境研究所)  
平成26年度東海・北陸ブロック環境衛生監視員研修会, 2015年1月, 岐阜市

### ○ヨヒンビン立体異性体の分離分析に関する検討

筑本貴郎, 多田裕之, 神山恵理奈, 堀内正 (岐阜県保健環境研究所)  
平成26年度地方衛生研究所全国協議会東海・北陸支部衛生化学部会, 2015年2月, 富山市

### ○OLC-MS/MSとHPLC-FLによる防カビ剤の一斉分析

南谷臣昭, 坂本友佳, 永井宏幸, 後藤黄太郎 (岐阜県保健環境研究所)  
平成26年度地方衛生研究所全国協議会東海・北陸支部衛生化学部会, 2015年2月, 富山市

### ○岐阜県における食品異物混入事案への対応

佐合ゆかり, 丸山友美, 遠藤利加, 平岡久子, 永井宏幸, 後藤黄太郎 (岐阜県保健環境研究所)  
平成26年度地方衛生研究所全国協議会東海・北陸支部衛生化学部会, 2015年2月, 富山市

### ○EHEC 0157による食中毒事例におけるMLVAの活用

亀山芳彦 (岐阜県保健環境研究所)  
平成26年度地方衛生研究所全国協議会東海北陸支部微生物部会, 2015年3月, 名古屋市

### ○感染症発生動向調査 (2014年 岐阜県)

山口智博 (岐阜県保健環境研究所)  
平成26年度地方衛生研究所全国協議会東海北陸支部微生物部会, 2015年3月, 名古屋市

○岐阜県におけるインフルエンザの流行 (2014/2015  
シーズン)

西岡真弘 (岐阜県保健環境研究所)

平成 26 年度地方衛生研究所全国協議会東海北陸支  
部微生物部会, 2015 年 3 月, 名古屋市

○岐阜県における平成 26 年食中毒発生状況及び腸管  
系病原細菌検出状況

奥田智子 (岐阜県保健環境研究所)

平成 26 年度地方衛生研究所全国協議会東海・北陸  
支部微生物部会, 2015 年 3 月, 名古屋市

○岐阜県におけるノロウイルスの検出状況

水野卓也 (岐阜県保健環境研究所)

平成 26 年度地方衛生研究所全国協議会東海・北陸  
支部微生物部会, 2015 年 3 月, 名古屋市

○岐阜県における腸管出血性大腸菌 0157 の MLVA パタ  
ーン解析

野田万希子, 亀山芳彦 (岐阜県保健環境研究所)

第 88 回日本細菌学会総会, 2015 年 3 月, 岐阜市

○全ゲノム解析データから *Mycobacterium* 属系統解析  
に有効な遺伝子群の選択

水野卓也 (岐阜県保健環境研究所), 福永肇, 江崎  
孝行 (岐阜大・医・病原体制御)

第 88 回日本細菌学会総会, 2015 年 3 月, 岐阜市

○高病原性と考えられる腸管出血性大腸菌 026 ST29 の  
重篤化危険因子の同定

石嶋希, 伊豫田淳, 泉谷秀昌, 石原 朋子, 齊藤剛仁 (国  
立感染症研究所)、井口 純 (宮崎大学)、小西典子、甲  
斐明美 (東京都健康安全研究センター)、野田万希子 (岐  
阜県保健環境研究所、他 EHEC ワーキンググループ)

第 88 回日本細菌学会総会, 2015 年 3 月、岐阜市



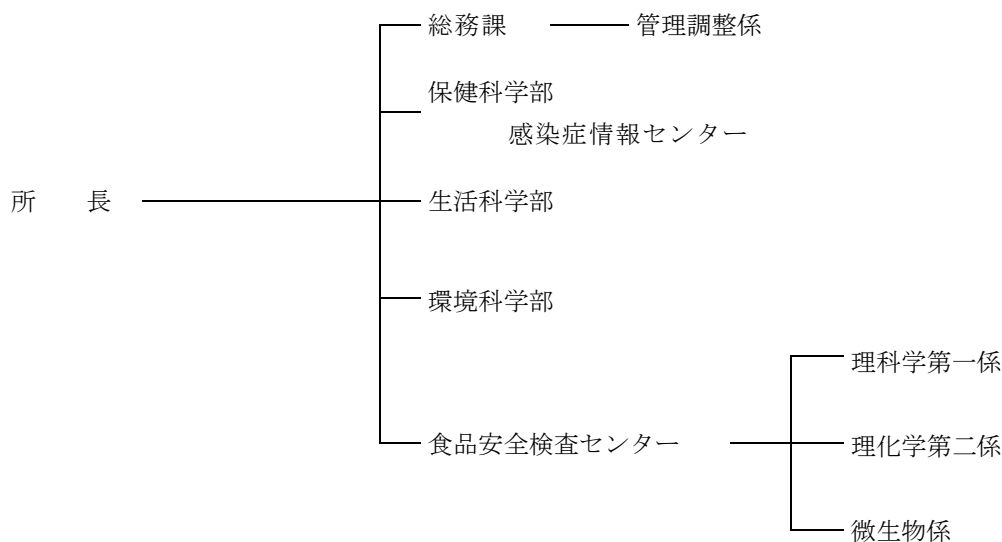
# III 業務概要

## 1 沿革

昭和	23年	3月	衛生研究所開設（岐阜市司町 県庁内）
	26年	8月	衛生研究所新築移転（岐阜市八ツ梅町）
	40年	4月	衛生研究所に公害研究センターを新設
	43年	4月	衛生研究所に公害研究所を付置
	45年	3月	衛生研究所新築移転（岐阜市野一色）
	45年	4月	公害研究所，衛生部より企画開発部へ所管換
	47年	4月	公害研究所，企画開発部より環境局へ所管換
	48年	4月	衛生研究所に薬事指導所を付置
	49年	12月	公害研究所移転（岐阜市藪田）
	57年	4月	公害研究所，環境部より生活環境部へ所管換
	58年	4月	衛生研究所は衛生部より，公害研究所は生活環境部より衛生環境部へ所管換
平成	5年	4月	衛生研究所と公害研究所が組織統合により保健環境研究所に改称
	8年	4月	保健環境研究所，衛生環境部より総務部に所管換
	10年	4月	保健環境研究所，総務部より知事公室に所管換
	11年	4月	薬事指導所を廃止
	11年	8月	保健環境研究所新築移転（各務原市那加不動丘1-1 健康科学センター内）
	18年	4月	保健環境研究所，知事公室より総合企画部に所管換
	19年	4月	健康科学担当を廃止
	20年	4月	食品安全検査センターを新設
	22年	4月	保健環境研究所，総合企画部より健康福祉部に所管換
	25年	4月	岐阜県感染症情報センターを健康福祉部保健医療課から保健環境研究所へ移管
	26年	4月	岐阜保健所の試験検査部門を食品安全検査センターへ移管

## 2 運営概要

### 2.1 組織



## 2.2 職員数

(平成 27 年 3 月 31 日現在)

区分	定数	実人員	実 人 員 内 訳							
			所 長	管 理 監	課 長	総 務 課	保健科学部	生活科学部	環境科学部	食品安全検査センター
事務	4	4			1	3				
技術	30	32	1				8*	4	8	11
非常勤専門職		6					1		3	2
計	34	41	1		1	3	9	4	11	13

\* 育休中職員 1 名含む

## 2.3 分掌事務

## 総務課

- ・ 職員の人事服務に関すること。
- ・ 予算の編成、執行及び決算に関すること。
- ・ 岐阜保健所との連絡調整等に関すること。
- ・ 岐阜県健康科学センター（共用部分）の活用に関すること。
- ・ 県有財産及び物品の維持管理に関すること。
- ・ 検査手数料の徴収に関すること。

## 保健科学部

- ・ 感染症発生動向調査事業（ウイルス及び細菌）の検査及び調査研究に関すること。
- ・ インフルエンザの検査及び調査研究に関すること。
- ・ ウイルス性食中毒の検査及び調査研究に関すること。
- ・ 感染症流行予測調査に関すること。
- ・ つつが虫病等リケッチア感染症の血清学的検査及び調査研究に関すること。
- ・ 寄生虫性（クドア）食中毒の検査及び調査研究に関すること。
- ・ 三類感染症の検査及び調査研究に関すること。
- ・ レジオネラの検査及び調査研究に関すること。
- ・ 動物由来感染症（ウイルス及び細菌）の検査及び調査研究に関すること。
- ・ 結核菌の検査及び調査研究に関すること。
- ・ 薬品の細菌学的検査に関すること。
- ・ クリプトスポリジウムの検査に関すること。
- ・ バイオテロに関する検査に関すること。
- ・ 不明疾患の検査及び調査研究に関すること。
- ・ 保健所検査担当者の技術研修に関すること。
- ・ 岐阜県感染症情報センターに関すること。

## 生活科学部

- ・ 医薬品に係る検査及び調査研究に関すること。
- ・ 医薬部外品に係る検査及び調査研究に関すること。
- ・ 化粧品に係る検査及び調査研究に関すること。
- ・ 医療機器に係る検査及び調査研究に関すること。
- ・ 医薬品等の生産技術及びGMPバリデーションに関すること。
- ・ 薬物乱用防止に係る検査及び調査研究に関すること。
- ・ 家庭用品の検査及び調査研究に関すること。
- ・ 衛生動物及び昆虫の同定・駆除に係る調査研究に関すること。

- ・連携大学院の運営及び活用に関すること。

#### 環境科学部

- ・環境放射能の測定及び調査研究に関すること。
- ・大気環境監視テレメータシステムの管理運営に関すること。
- ・大気環境測定車による環境大気の測定調査に関すること。
- ・PM2.5の成分分析及び調査研究に関すること。
- ・臭気の測定及び調査研究に関すること。
- ・国設酸性雨測定所の管理に関すること。
- ・東アジア酸性雨モニタリングネットワークに係る調査及び測定に関すること。
- ・地下水、河川水等の検査及び調査研究に関すること。
- ・未規制化学物質の測定調査に関すること。
- ・ダイオキシン類等微量化学物質の測定及び調査研究に関すること。
- ・一般廃棄物及び産業廃棄物の調査研究に関すること。
- ・廃棄物・リサイクル認定製品の検査及び調査研究に関すること。

#### 食品安全検査センター

- ・食品中の残留農薬・残留抗菌剤等に係る検査及び調査研究に関すること。
- ・農薬の新規検査法の確立に関すること。
- ・食品添加物の検査及び調査研究に関すること。
- ・食品中のPCB・重金属に係る検査に関すること。
- ・食品中のアフラトキシンの検査に関すること。
- ・食品用器具及び容器包装の検査に関すること。
- ・食品に係る健康危機事案及び苦情食品の検査に関すること。
- ・保健所検査担当者の技術研修に関すること。
- ・未規制農薬の新規検査法の開発に関すること。
- ・自然毒（カビ毒、植物毒等）の検査・調査研究に関すること。
- ・食品等の放射性物質に係る検査・調査研究に関すること。
- ・アレルギー物質を含む食品検査に関すること。
- ・遺伝子組み換え食品に係る検査・調査研究に関すること。
- ・食品中の異物に係る物理化学的検査・調査研究に関すること。
- ・食品中の細菌検査に関すること。
- ・食中毒関係の検査に関すること。

## 2.4 職員名簿

(平成 27 年 3 月 31 日現在)

部 課 名	補 職 名	氏 名	備 考	
	所 長	加 藤 樹 夫	27.4.1異動	
総 務 課	課 長	藤 井 夏代子	27.4.1異動 27.4.1異動 27.4.1異動	
	課長補佐兼係長	小 野 信 幸		
	主 査	高 田 知 幸		
	主 事	森 理 恵		
保健科学部	部長研究員兼部長	小 林 香 夫		
	主任専門研究員	亀 山 芳 彦		
	専門研究員	葛 口 剛		
	専門研究員	野 田 万希子		
	主任研究員	酢 谷 奈 津		
	研 究 員	山 口 智 博		
	研 究 員	西 岡 真 弘		
生活科学部	主任部長研究員兼部長	堀 内 正	27.4.1異動	
	主任専門研究員	多 田 裕 之		
	専門研究員	神 山 恵理奈		
	主任研究員	筑 本 貴 郎		
環境科学部	部長研究員兼部長	林 弘一郎	27.4.1異動	
	主任専門研究員	岡 正 人		
	専門研究員	岡 隆 史		
	同	佐々木 正 人		
	同	三 原 利 之		
	主任研究員	鈴 木 崇 稔		
	同	金 森 信 厚		
	同	高 島 輝 男		
食 品 安 全 検 査 セ ン タ ー	(理化学第一係)	センター長	後 藤 黄太郎	
		専門研究員	永 井 宏 幸	
		主任研究員	南 谷 臣 昭	
	(理化学第二係)	研 究 員	坂 本 友 佳	
		主任専門研究員	平 岡 久 子	
		専門研究員	遠 藤 利 加	
	(微 生 物 係)	主任研究員	佐 合 ゆかり	
		研 究 員	丸 山 友 美	
		主任専門研究員	奥 田 智 子	
		専門研究員	小 山 由美子	
		研 究 員	水 野 卓 也	
	研 究 員	門 倉 由紀子	休職, 27.4.1復職	
	衛生環境技術指導員	大 塚 公 人	27.3.31退職	
	環境検査業務専門職	原 信 行		
	同	田 中 亮 子		
	同	斉 藤 恵 美		
	衛生検査業務専門職	小 塚 恭 子		
	同	林 典 子	27.3.31退職, 27.4.1職員へ	

## 2.5 歳入及び歳出

[歳入]		単位：円
名 称	収 入 額	備 考
健康科学センター使用料	72,166	
労働保険料等納付金	103,244	
衛生検査手数料	12,670	
雑入（目的外使用料管理費外）	321,645	
計	509,724	

[歳出]		単位：円
款 項 目 節	決 算 額	備 考
財産管理費	1,206,887	
消費生活行政費	13,878,000	
医務総務費	24,669	
医務費	623,357	
保健環境研究費	133,363,199	
保健所費	788,488	
食品衛生指導費	52,510,068	
生活衛生指導費	1,715,245	
感染症予防費	10,277,175	
薬務費	19,667,407	
水道費	198,127	
環境管理推進費	1,695,264	
公害対策費	38,476,177	
農業振興費	63,000	
計	274,487,063	

2.6 土地建物・施設

1) 土地

所在地：各務原市那加不動丘 1-1

面積： 12,320.63m<sup>2</sup>

2) 建物

	室名	面積 (m <sup>2</sup> )
屋上機械室		61.86
5 F	遺伝子解析実験室・安全実験室・血清研究室・無菌室 ウイルス研究室・培地調製室・細菌研究室・低温機器室 暗室・滅菌洗浄室・カンファレンスルーム	985.55
4 F	抗菌剤自然毒研究室・食品添加物研究室・薬品研究室 残留農薬研究室・バイオサイエンス研究室・遮光実験室 生活衛生研究室・生薬鑑定種子保存室・共通機器室 低温機器室・低温保存室・カンファレンスルーム	985.55
3 F	地球環境研究室・廃棄物研究室・蒸留水電気炉室 大気研究室・官能試験室・臭気研究室・共通機器室 恒温恒湿実験室・ドラフト室・カンファレンスルーム	985.55
2 F	水質研究室・揮発性物質前処理室・低温保存室 動物実験室・共通機器室	1,861.89
1 F	所長室・テレメーター室・微量化学物質分析室 環境放射能研究室・総務課事務室・会議室・図書室・書庫 情報コーナー	1,837.71
小計		(6,718.11)
共通部分	ハイビジョンシアター・レファレンスホール	1,243.91
保健所棟		1,877.57
別棟(車庫)		135.22
小計		(3,256.70)
合計		9,974.81

### 3 研究及び検査の概要

#### 3.1 保健科学部

##### 3.1.1 調査研究

###### 1) 腸管出血性大腸菌 O26 を対象とした迅速・簡便な分子疫学解析法の検討

(平成 25 年度～28 年度)

腸管出血性大腸菌で分離される血清型で O157 に次いで多い O26 を対象とし、標準法であるパルスフィールドゲル電気泳動法 (PFGE 法) よりも迅速・簡便な分子疫学解析法の確立を目指し、Multiple-Locus Variable-Number Tandem-Repeats Analysis (MLVA) 法の導入を試みる。確立した系について、その解析能力、迅速性、再現性、簡便性、検査コスト等について、PFGE 法との比較検討を行う。これらにより、迅速かつ効率的に散在的集団発生を発見可能な検査法を提示する。また、これまで検討を行ってきた O157 の MLVA 法、IS-printing 法、及び PFGE 非酵素法について、引き続きデータの蓄積と行政への還元を継続し、原因の早期発見につながるかの検証を行う。

今年度は、MLVA 法の対象遺伝子座を 7 か所に設定し、国立感染症研究所より分与されたレファレンス DNA を用いて条件設定を行った。設定した条件に従って腸管出血性大腸菌 O26 保存株 148 株の繰り返し数を決定した。疫学情報に関連性があった 21 事例 (105 株) を解析したところ、MLVA パターンが 7 か所すべてで一致した事例が 19 事例、1 か所違い (single-locus variant; SLV) の範囲であった事例が 2 事例であり、SLV までの範囲を集団感染株と判定することが可能であることが示唆された。また、平成 25 年度及び 26 年度に分離された O157 菌株 30 株の MLVA を実施し、行政への情報還元を実施した。

###### 2) 食品を含む環境からのノロウイルス高感度検出法の確立

(平成 25 年度～26 年度)

ノロウイルスは数十個といった少量でも食中毒を引き起こすが、この数は現在の遺伝子増幅感度ギリギリの量である。検出率を上げるためには、如何に効率よく検体からウイルスを回収し、遺伝子を抽出するかが鍵となる。そこで、本研究では食品等環境からのノロウイルス高感度検出法を確立することを目標とし、現行の検査法を○検体からのウイルス抽出法○遺伝子抽出法○遺伝子増幅法の 3 段階で区切り、それぞれの操作過程を検出感度の高い方法に改善、実際の食品・拭き取り等検査において検出感度の検証を行った。

平成 26 年度は、拭き取り 92 検体、食品 20 検体について検査を行ったところ、食品 1 検体 (カキ) からノロウイルス遺伝子が検出された。

###### 3) レジオネラ属菌の汚染状況把握及び迅速検査法に関する研究

(平成 23 年度～26 年度終了)

培養法による浴槽水のレジオネラ属菌検査は判定までに 7 日以上を要するため、迅速検査法の導入が求められている。本研究では、市販試薬を用いた迅速検査法として、LAMP 法 (栄研化学) 及び LC EMA-qPCR 法 (タカラバイオ) の有用性を検討した。両者とも浴槽水から直接レジオネラ属菌遺伝子を検出する方法であり、LAMP 法は簡便・迅速で当日判定が可能であるが死菌由来遺伝子も検出する、LC EMA-qPCR 法は翌日判定となるが死菌由来遺伝子の検出を抑制し、生菌由来遺伝子を選択的に検出するという特徴がある。

標準菌株を用いて調整した菌液を試料とした検討では、LAMP 法の検出感度は 10 CFU/100mL オーダー、LC EMA-qPCR 法の検出感度は 1 CFU/100mL オーダーであった。死菌液を用いて LC EMA-qPCR 法を行ったところ、死菌  $10^2$  CFU/100mL オーダー以下では遺伝子検出が抑制された。

また、県内入浴施設の浴槽水 95 検体を用いて培養法、LAMP 法及び LC EMA-qPCR 法の比較を行った結果、LAMP 法は培養法に対して感度 77.8%、特異度 76.5%であり、菌数の少ない検体では LAMP 法陰性となる場合があった。一方、LC EMA-qPCR 法は遺伝子検出を陽性とする定性判定とした場合、培養法に対して感度 100%、特異度 73.5%であった。

LAMP 法は死菌を含む一定量以上のレジオネラ属菌の存在を短時間で予測するという点において、また、LC EMA-qPCR 法は生菌の存在を予測するという点において有用であると考えられた。



4) 厚生労働科学研究費補助金による研究事業

新型インフルエンザ等新興・再興感染症研究事業「食品由来感染症探知システムの構築に関する研究」, 「不活化ポリオワクチン導入後のポリオウイルスサーベイランスに関する研究」および「アジア地域における腸管系ウイルスゲノムの分子疫学研究」に研究協力者として参加し, 調査研究を行った。

3.1.2 行政検査

[ウイルス関係]

1) 感染症流行予測調査

1. ポリオ感染源調査 (環境水)

平成 24 年 9 月にポリオワクチンがこれまでの経口生ワクチン(OPV)から不活化ワクチン(IPV)に変更されたことに伴い, 新たなポリオ感染源調査の調査方法として環境水調査が行われることとなった。6 月から 11 月まで各月 1 回県内浄水場協力のもと, 流入下水を採取し, 濃縮後, RD-A 細胞, VeroE6 細胞, HEp-2 細胞, 及び A549 細胞によるウイルス分離を実施した。ポリオウイルスは全く検出されなかったが, 全てのサンプルから非ポリオウイルス (エンテロウイルス, アデノウイルスなど) が分離された。

2. インフルエンザ感染源調査

ブタ鼻腔拭い 100 検体について, MDCK 細胞を用いてインフルエンザウイルス分離を実施したが, インフルエンザウイルスは分離されなかった。

2) 不明疾患

本年度は集団かぜ 7 事例 (県下 7 保健所管内初発), A 型肝炎患者 1 人について, 咽頭うがい液 57 検体, 糞便 1 検体のウイルス検索を実施した (表 1)。

集団かぜ 7 事例中 7 事例・15 検体からインフルエンザウイルス A 香港型を分離同定した。A 型肝炎患者検体からはウイルス遺伝子は検出されなかった。

表 1 ウイルス検索結果

受付 No	発生年月日 (受付年月日)	対象疾病	管轄保健所	検 体	数	分離・検出ウイルス	検出数
1	26. 9. 9	集団かぜ	中濃保健所	咽頭うがい液	10	インフルエンザウイルス A 香港型	2
2	26. 12. 1	集団かぜ	東濃保健所	咽頭うがい液	10	インフルエンザウイルス A 香港型	1
3	26. 12. 9	集団かぜ	飛騨保健所	咽頭うがい液	8	インフルエンザウイルス A 香港型	3
4	26. 12. 10	集団かぜ	西濃保健所	咽頭うがい液	10	インフルエンザウイルス A 香港型	1
5	26. 12. 15	集団かぜ	恵那保健所	咽頭うがい液	6	インフルエンザウイルス A 香港型	4
6	26. 12. 16	集団かぜ	岐阜保健所	咽頭うがい液	10	インフルエンザウイルス A 香港型	1
7	27. 1. 6	A 型肝炎	恵那保健所	糞 便	1	不検出	
8	27. 1. 21	集団かぜ	関保健所	咽頭うがい液	3	インフルエンザウイルス A 香港型	3
合 計					58		15

3) 感染症発生动向調査事業におけるウイルス検査

1. 当該事業のうち, ウイルス検査及び検査情報の提供を行った。検査結果は, 保健医療課, 各保健所, 医療機関に報告し, ウイルスが分離, 同定されたときは国立感染症研究所に報告した。

2. 患者数 74 名, 検体 156 件について検査した結果, アデノウイルス 3 型が 2 検体, エコーウイルス 11 型が 4 検体, エコーウイルス 30 型が 6 検体, ヒトパレコウイルス 3 型が 3 検体, RS ウイルスが 2 検体, インフルエンザウイルス A 香港型が 36 検体, インフルエンザウイルス B 型が 3 検体から分離・同定された。

遺伝子検査において, インフルエンザウイルス A 香港型が 13 検体, インフルエンザウイルス B 型が 2 検体, ヒトパレコウイルス 3 型, RS ウイルス, ライノウイルス, デングウイルス 1 型がそれぞれ 3 検体, ヒトヘルペスウイルス 7 型が 2 検体, 単純ヘルペスウイルス 2 型, ヒトヘルペスウイルス 6 型, ヒトメタニューモウイル

ス、コクサッキーウイルス A10 型, デングウイルス 2 型, デングウイルス 4 型, チクングニアウイルスがそれぞれ 1 検体から検出された。

また, デング熱疑いで搬入され, 当所の遺伝子検査で不検出であった 2 検体 (1 人分) について, 国立感染症研究所に依頼し抗体検査を行ってもらったところ, 2 検体ともデングウイルス特異的 IgM 抗体及びデングウイルス IgG 抗体陽性であった。

3. 4 類感染症 (リケッチア感染症疑い) の 10 検体 (3 人分) のうち, 4 検体について遺伝子検査を実施した。結果は不検出であった。

4) ウイルス性食中毒・集団胃腸炎発生原因検査

拭き取り検体及び食品検体からのノロウイルス遺伝子検出を RT-PCR 法にて実施した。確認検査は TaqMan リアルタイム PCR 法を用いた (表 2)。また, 1 事例で他の食中毒原因ウイルスの遺伝子検出を実施した (表 2; 受付 No. 2)。

なお, 組織改編のため, 昨年度まで保健科学部で実施していた PCR 産物の確認検査は, 食品安全検査センターで実施する体制となった。

表 2 ウイルス性食中毒検査状況

受付No	受付年月日	管轄保健所	検査材料	検体数	RT-PCR検出数	確認検査陽性数	他ウイルス検索実施数(陽性数)
1	26. 5. 2	岐阜保健所	拭き取り	7	0		
2	26. 5. 21	東濃保健所	抽出RNA	15	0		15(0)
3	26. 12. 16	本山センター	食 品	4	0		
4	26. 12. 25	飛騨保健所	拭き取り	7	0		
5	27. 1. 16	東濃保健所	拭き取り	10	0		
6	27. 1. 26	恵那保健所	食 品	4	0		
			拭き取り	15	0		
7	27. 1. 29	恵那保健所	食 品	1	1	1	
			拭き取り	10	0		
8	27. 2. 9	関保健所	拭き取り	4	0		
9	27. 2. 23	中濃保健所	拭き取り	6	0		
10	27. 3. 5	飛騨保健所	拭き取り	7	0		
11	27. 3. 5	飛騨保健所	食 品	11	0		
			拭き取り	7	0		
12	27. 3. 10	東濃保健所	拭き取り	10	0		
13	27. 3. 18	西濃保健所	拭き取り	9	0		
小 計			抽出RNA	15	0		15(0)
			拭き取り	92	0		
			食 品	20	1	1	
合 計				127	1	1	15(0)

5) 新型インフルエンザ検査 (重症サーベイランス)

2009 年に大流行した新型インフルエンザについて, 厚生労働省からの通知に基づく「インフルエンザ重症サーベイランス」による遺伝子検査については検体搬入がなかった。

6) 新型インフルエンザにおける抗インフルエンザ薬剤耐性検査

国立感染症研究所からの依頼に基づいた「新型インフルエンザの抗インフルエンザ薬剤耐性スクリーニング検査」を, 今年度分離された 15 株のインフルエンザウイルス AH1pdm09 について行ったところ, 1 株でオセルタミ

ビル(タミフル)耐性と判定され、国立感染症研究所における当該薬剤を用いた試験にて薬剤耐性株と確認された。

#### 7) 麻疹遺伝子検査

厚生労働省の通知に基づき、麻疹の遺伝子全数検査を行った。7人分20検体について麻疹ウイルス及び風疹ウイルス遺伝子の検出を行い、2人分3検体から麻疹ウイルスB3型遺伝子を検出した。

#### [細菌関係]

##### 1) 細菌性食中毒事例に係わる解析

飲食店を原因とする腸管出血性大腸菌O157:H7による集団感染事例等の6株について、MLVAによる疫学解析を行った。

##### 2) レジオネラ属菌実態調査

岐阜(本巣・山県センターを含む)、関(郡上センターを含む)保健所管内の入浴施設等の浴槽水等25検体について培養検査を実施した。また、県内入浴施設の浴槽水20検体に由来するレジオネラ属菌85株を合わせて、同定検査及び血清型別検査を実施した。その結果、計22検体から*Legionella pneumophila*が検出された。血清型は、血清群6(9検体)、血清群3(7検体)、及び血清群5(6検体)が多かった。

##### 3) レジオネラ症患者発生に伴う検査

レジオネラ症患者発生時の感染源調査として、入浴施設の浴槽水6検体(3施設)についてレジオネラ属菌検査を実施した。また、保健所から搬入されたレジオネラ属菌127株(8施設16検体)について同定検査及び血清型別検査を実施した。また、迅速検査法として、浴槽水10検体(5施設)についてLC EMA-qPCR法を、1検体(1施設)についてLAMP法及びLC EMA-qPCR法を実施した。

##### 4) 三類感染症の検査

チフス菌1株について同定検査及び血清型別検査を実施した。また腸管出血性大腸菌35株について同定検査、血清型別検査、及び志賀毒素検査を実施した。腸管出血性大腸菌の血清型別検査の結果は、O157:H7が21株、O157:H-が2株、O26:H11が6株、O121:H19が5株、及びO111:H-が1株であった。

##### 5) 三類感染症の接触者検便

岐阜、関両保健所管内の三類感染症接触者の検便20検体(腸管出血性大腸菌感染症の接触者17検体、腸チフスの接触者3検体)の検査を実施した。腸管出血性大腸菌感染症の接触者1検体から腸管出血性大腸菌O157を検出した。

##### 6) 感染症発生動向調査事業による細菌検査

レジオネラ症8検体、結核6検体、A群溶血性レンサ球菌感染症2検体、腸管出血性大腸菌感染症4検体及びボツリヌス症3検体の検査を実施した。なお検査の一部は、国立感染症研究所へ依頼した。

##### 7) 結核菌の検査

集団感染の疑いで保健所から分子疫学的検査(VNTR法)の依頼があった1件、2株の結核菌について、(公財)結核予防会結核研究所への検査依頼及び菌株の保存を行った。疫学調査を目的とした6株については、当所においてVNTR法を実施し、菌株を保存した。

また、岐阜保健所管内の管理検診として喀痰3検体の塗抹、培養検査を実施した。

##### 8) 無菌試験

医療機器一斉監視指導に係わる収去検査として、ソフトコンタクトレンズ4製品8検体の無菌試験を実施した。

## 9) 業態者検便由来株の検査

業態者検便において検出されたサルモネラ属菌 4 株について、同定検査及び血清型別検査を実施した。

## 10) 依頼に基づく試験

保健所から協力依頼があった試験について、大腸菌群試験法で分離された 12 株の菌種同定を実施した。

## 3.1.3 感染症情報センター

## 1) 感染症発生動向調査事業

岐阜県感染症発生動向調査事業実施要領に基づき、全数把握対象疾患については県内全医療機関から、定点把握対象疾患については県内延べ 171 の定点医療機関から、各保健所及び岐阜市保健所に報告されたデータを集計・解析し、その結果を週報及び月報としてホームページに公開した。また、岐阜県感染症サーベイランス解析小委員会を毎月 1 回開催した。

平成 26 年の県内における感染症発生動向の特徴として、全数把握対象疾患において、デング熱 7 例（すべて国外感染例）、チクングニア熱及びマラリア各 1 例、麻しん 3 例（すべて国外感染例）など、輸入感染症例が例年より多く報告された。

## 2) 感染症・食中毒疫学研修会の開催

保健所の感染症・食中毒担当者等を対象に、4 回の研修会（基礎研修、事例検討研修、講演会、報告会）を開催した。事例検討研修は、滋賀県衛生科学センター職員を講師として招き、腸管出血性大腸菌感染症集団発生事例のシミュレーションを行った。また、講演会は名古屋検疫所職員を講師として招き「輸入感染症と検疫所」をテーマに開催した。

## 3.2 生活科学部

## 3.2.1 調査研究

## 1) 指定薬物データベースの構築と類似化合物の識別方法の確立

(平成 26 年度～27 年度)

危険ドラッグに含まれる薬物については、医薬品医療機器等法（旧薬事法）や県条例による規制が強化されているが、今なお麻薬、指定薬物等の規制薬物の化学構造をわずかに変化させた薬物の流通が後を絶たない。当研究所では平成 24 年から県内の店舗で販売されている危険ドラッグ製品の成分検査を実施しているが、このような状況の中で、構造の類似した化合物を確実に識別することの重要性が増している。通常の検査では GC-MS、LC-MS 及び LC-PDA による分析を行い、標準品との保持時間及びスペクトルの一致をもって薬物の同定を行っているが、類似化合物は保持時間やマススペクトルも類似していることがあるため、データ解析において細心の注意を要する。そこで平成 26 年度は、近年流通する危険ドラッグから高頻度で検出されるカチノン系薬物について、スペクトルを解析し、類似化合物の識別方法について検討した。その結果、GC-MS/MS によるプロダクトイオンキャン分析を行うことで、類似化合物を明確に識別することができた。今回測定した化合物のスペクトルデータとそこから得られた知見は、未知あるいは標準品未入手のカチノン系薬物の部分構造推定にも有用であると考えられた。また、LC-MS 等のデータに基づいて、包括指定等の薬物を検索できるデータベースを作成した。

## 2) 連携大学院

近年、危険ドラッグによる交通事故や健康被害等が深刻な社会問題となっていることを鑑み、岐阜薬科大学との連携大学院に関わる研究活動の充実と推進の一環として、危険ドラッグの解析技術に関する連携協力の覚書を平成 26 年 11 月に交わした。危険ドラッグには、新規な化学構造や複数の薬理活性を有する薬物が含有される場合があり、その解析には高度かつ総合的な技術が要求される。平成 26 年度は、岐阜薬科大学の複数の研究室と合同の連携協議会を開催し、数種類の指定薬物をモデル化合物として、機器分析方法と生物活性分析について検討することを決定した。

### 3.2.2 行政検査

#### [薬品関係]

#### 1) 医薬品等一斉取締における規格試験

クエチアピソフマル酸塩を含有する医療用医薬品について、県内の医薬品卸売販売業者から収去した錠剤 18 製品（先発医薬品 1 製品，後発医薬品 17 製品）の溶出試験を実施した。その結果，全て規格に適合していた。

#### 2) 医療機器一斉監視指導における収去検査

県内で製造されている医療機器の監視として，ソフトコンタクトレンズ 4 製品の外観試験及び無菌試験を実施した。その結果，全て規格に適合していた。

#### 3) 健康食品情報受発信・相談応需事業における買い上げ検査

いわゆる健康食品と称する無承認無許可医薬品の監視として，県内のドラッグストアより買上された痩身効果及び男性機能の増強又は回復を，標ぼう，暗示又は印象を与えるそれぞれ 10 製品（10 検体），10 製品（12 検体）について，LC-MS/MS により検査を実施した。痩身効果を標ぼう，暗示又は印象を与える製品については，マジンドール，フェンフルラミン，オーリスタット，ヒドロクロロチアジド等 20 項目の検査（定量試験延べ 200 項目）を実施し，男性機能の増強又は回復を標ぼう，暗示又は印象を与える製品については，ヨヒンビン，シルデナフィル，バルデナフィル，タダラフィル等 11 項目（別に定性試験 4 項目）の検査（定量試験延べ 132 項目）を実施した。その結果，2 製品からセンノシドが検出され，1 製品からバルパロインが検出された。

#### 4) 大麻草の有毒成分等の試験

県内大麻草栽培者から，種子採取用に残された大麻草 301 検体を収去し，幻覚成分である  $\Delta^9$ -テトラヒドロカンナビノール及び幻覚作用を有しないカンナビジオール（定量試験 602 項目）の試験を実施した。

#### 5) 登録試験検査機関における外部精度管理

ジルチアゼム塩酸塩徐放カプセル（100 mg）1 製品について，ジルチアゼムの定量試験および純度試験（類縁物質）を実施した。

#### [生活衛生関係]

#### 1) 家庭用品試買検査

県内で販売されている繊維製品，家庭用洗剤など家庭用品 58 検体について，有害物質の含有量試験等延べ 70 項目の検査を実施した（表 3）。その結果，乳幼児用以外の繊維製品 1 製品 2 検体において，基準値を超過する事例があった。

表3 家庭用品検査内訳

検体	検体数	検査項目	延べ項目数
乳幼児用繊維製品	よだれ掛け	ホルムアルデヒド	43
	下着		
	寝衣		
	くつした		
	中衣		
	外衣		
	帽子		
	寝具		
乳幼児用以外の繊維製品	くつした	ホルムアルデヒド	11
	下着		
	寝衣		
家庭用洗剤	2	水酸化カリウム又は水酸化ナトリウム、容器試験（漏水試験、落下試験、耐アルカリ性試験、圧縮変形試験）	10
家庭用エアゾル製品	2	メタノール、テトラクロロエチレン、トリクロロエチレン	6
計	58	計	70

2) 衛生害虫関係の検査

県内保健所から依頼を受けて衛生害虫等の同定検査を12件実施した(表4)。また、自然環境保全課から依頼を受けて特定外来生物(疑いを含む)の同定検査を5件実施した(表5)。動物分類群別では、ダニ目が6件で最も多く、次いでクモ目が5件、コウチュウ目が4件であった。

表4 衛生害虫等の同定検査内訳

分類群名	件数	同定された種
昆虫		
コウチュウ目	4	ヒメカツオブシムシ ノコギリヒラタムシ ヒメマルカツオブシムシ
カメムシ目	1	マルカメムシ
その他の節足動物		
ダニ目	6	アカコッコマダニ トリサンダニ フタトゲチマダニ タカサゴキララマダニ
オビヤスデ目	1	アカヤスデの一種

表5 特定外来生物の同定検査内訳

検体	件数	結果
セアカゴケグモ疑い	3	3件中2件がセアカゴケグモ
ハイイロゴケグモ疑い	2	いずれもハイイロゴケグモでない

### 3.3 環境科学部

#### 3.3.1 調査研究

##### 1) 化学物質の環境濃度に関する研究

(平成 26 年度)

ペルフルオロオクタンスルホン酸(PFOS)は近年 POPs 条約に追加された特定化学物質であり、ペルフルオロオクタン酸(PFOA)は PFOS に類似する。これらは環境への負荷が懸念される物質であるが、環境基準等が定められおらず、岐阜県における環境濃度は調査されていない。そこで、県内河川における PFOS 及び PFOA の環境濃度調査・解析を行った。その結果、一部の河川において PFOS 及び PFOA が検出されたが、参考として、飲料水に関する暫定健康勧告値(米国環境保護庁勧告, 2009)と比較しても十分低い濃度であった。

##### 2) 岐阜県における大気汚染の特徴と高濃度メカニズムの解明に関する研究

(平成 25 年度～27 年度)

県南部の酸性雨の状況を把握するため、当研究所屋上(各務原市, 都市部)において降水を採取して湿性沈着の濃度及び量を調査し、環境省から測定を委託されている伊自良湖測定局(山県市, 山間部)のデータと比較検討した。その結果、当研究所屋上においては伊自良湖測定局と比較して、硫黄酸化物及び窒素酸化物の湿性沈着量が少なく、硫黄酸化物に対する窒素酸化物の比が大きいことが分かった。

揮発性有機化合物(VOC)は、光化学オキシダントの原因物質の一つとされており、自動車、工場等からの排出が規制されているが、光化学オキシダントの状況が改善されていない。そこで、VOC 成分の経時変化を把握するため、大気をガスクロマトグラフ質量分析計に直接導入して測定調査した。その結果、経時変化の少ない成分や日中になるにつれて濃度が上昇する成分があることがわかった。

##### 3) 地下水質の地域特性に関する研究

(平成 25 年度～27 年度)

###### ・岐阜県の地下水中の主要成分の現状調査と地域特性把握

岐阜県では地下水の水質汚濁状況を常時監視するため「岐阜県公共用水域及び地下水の水質測定計画」を毎年策定し、地下水の水質調査を実施しており、人為的または自然由来と考えられる地下水汚染が判明している。本研究では、計画に基づく地下水調査の検査項目の他に、地下水中の主要成分も併せて分析し、県内における地下水の水質特性について検討した。平成 26 年度は 138 地点の地下水質のデータを昨年度に引き続き収集し、ヘキサダイアグラム等の水質解析により、地域毎の特性がわかってきている。

###### ・地盤沈下防止対策地域における河川の地下水涵養状況の把握

濃尾平野西部に位置する海津市周辺は、濃尾平野地域地盤沈下対策防止等対策要綱の観測区域に指定されており、地下水位調査等の監視措置がとられている。近年の地下水位モニタリングのデータによれば、海津地域の地下水位は毎年 5 月下旬～8 月に低下し、その後回復する傾向が見られる。本研究では、当該地域の地下水の水質調査を定期的に行い、イオン、溶存酸素等の経年変化を調べて、井戸毎の傾向を解析している。

##### 4) リサイクル認定製品のデータベース化に関する調査研究

(平成 25 年度～27 年度)

岐阜県では、廃棄物の循環利用を進める中で、リサイクル認定製品認定制度を創設してリサイクルの取り組みを進めている。当研究所では、「環境基準への適合性」について科学的根拠を得るための検査を実施している。本研究では、環境基準項目以外にも着目し、その結果をデータベース化し、品目別に体系付けることで、溶出特性等の結果における共通点を見出し、製品検査における留意点等を把握する等リサイクル認定製品の検査・認定審査体制の強化を図ることを目的としている。本年度までに、147 製品のデータを収集した。その結果、認定製品のうち再生土木資材について溶出後の液の pH と重金属類の溶出の関係において、重金属の溶出量が、pH の増加とともに増加するもの、ある特定の pH を超えると急激に増加するもの、全く関連性のないもの等の傾向が認められた。

### 3.3.2 委託調査

#### 1) 東アジア酸性雨モニタリング調査（環境省委託）

伊自良湖は東アジア酸性雨モニタリングネットワークの生態影響調査地点に指定されており、陸水調査、大気環境調査及び降下物調査を実施した（表6）。

表6 調査項目等の概要

調査名	地点	回数	調査項目	延項目数
陸水	湖沼水	2	pH, EC, アルカリ度, Na <sup>+</sup> , K <sup>+</sup> , Ca <sup>2+</sup> , Mg <sup>2+</sup> , SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> , NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> , Cl <sup>-</sup> , Chl-a 等	728
	河川	4		
湿性降下物	1	1週間毎	pH, EC, SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> , NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> , Cl <sup>-</sup> , NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> , K <sup>+</sup> , Na <sup>+</sup> , Ca <sup>2+</sup> , Mg <sup>2+</sup> , 雨量	572
乾性降下物	1	毎時測定	NO, NO <sub>2</sub> , SO <sub>2</sub> , O <sub>3</sub> , PM10, 気象データ（気温, 湿度, 風向, 風速, 日射量）等	1,095
乾性降下物 （フィルターバック法）	1	2週間毎	NH <sub>3</sub> , HNO <sub>3</sub> , HCl, SO <sub>2</sub> , SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> , NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> , Cl <sup>-</sup> , NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> , K <sup>+</sup> , Na <sup>+</sup> , Ca <sup>2+</sup> , Mg <sup>2+</sup> 等	312

#### 2) 化学物質環境実態調査（環境省委託）

環境中に残留している可能性のある化学物質の実態を把握するため、表7に示す調査を実施した。

表7 化学物質環境実態調査の概要

調査名	調査地点	調査項目	検体数
モニタリング調査（POPs条約対象物質等の経年的なモニタリング調査）	各務原市 （岐阜県保健環境研究所）	POPs等 13物質群	3

#### 3) 環境放射能水準調査（原子力規制委員会委託）

環境中における人工放射性物質の蓄積状況の把握及び住民の被曝線量の推定を主な目的として、平成2年度から調査を実施している。平成26年度における環境放射能測定の概要は表8のとおりである。また、東日本大震災による東京電力福島第一原子力発電所事故（福島原発事故）に伴うモニタリング強化の概要は表9のとおりであり、異常値等は認められなかった。

表8 環境放射能水準調査内訳

事業項目	測定地点数	測定対象	延測定回数	備考
全ベータ放射能測定調査	1	降水	67	降雨毎
核種分析調査	7	大気浮遊じん, 降下物, 土壌, 陸水(蛇口水), 精米, 野菜, 茶, 牛乳	25	野菜は大根と ハウレン草
モニタリングポストによる 空間放射線量率調査	1	大気（ガンマ線）	365 （連続）	

表9 環境放射能水準調査内訳（福島原発事故に伴うモニタリング強化）

事業項目	測定地点数	測定対象	延測定回数	備考
核種分析調査	1	上水	4	3ヶ月に1回
サーベイメータによる空間 放射線量率調査	1	大気（ガンマ線）	12	毎月1回



3.3.3 行政検査

[大気関係]

1) 大気環境監視テレメータシステム

県下 17 地点の大気環境自動測定局（自動車排出ガス測定局 4 局を含む）において常時監視を行っている（表 10）平成 26 年度の環境基準達成状況は、二酸化硫黄、浮遊粒子状物質及び二酸化窒素は全ての測定局において基準を達成したが、光化学オキシダントは、前年度と同様に 12 局全てで環境基準値（1 時間値：0.06ppm 以下）を超過した。また、微小粒子状物質は有効測定局 11 局のうちの測定 7 局が環境基準に適合しなかった。これら各測定局の毎時データは、インターネットで公開している。

表 10 大気環境測定局及び測定項目一覧表

地域	測定局名称	測定項目										
		二酸化硫黄	浮遊粒子状物質	窒素酸化物 一酸化窒素	二酸化窒素	光化学オキシダント	一酸化炭素	炭化水素 非メタン		メタン	微小粒子状物質	風向 風速
岐阜	岐阜中央	○	○	○	○	○					○	○
	岐阜南部	○	○	○	○	○		○	○		○	
	岐阜北部	○	○	○	○	○					○	
	岐阜明德自排		○	○	○		○					
	各務原	○	○	○	○	○					○	○
西濃・羽島	大垣中央	○	○	○	○	○					○	○
	大垣南部	○	○	○	○	○						○
	大垣自排		○	○	○							○
	羽島	○	○	○	○	○					○	○
中濃	美濃可茂	○	○	○	○	○					○	○
	可児自排		○	○	○						○	○
東濃	土岐自排		○	○	○						○	○
	瑞浪	○	○									○
	笠原	○	○	○	○	○					○	○
	中津川	○	○	○	○	○					○注	○
飛騨	高山	○	○	○	○	○					○	○
	乗鞍	○	○	○	○	○						○

注：中津川測定局の PM2.5 は平成 26 年 12 月から測定開始

2) 大気汚染測定車による調査

大気汚染測定車「あおぞら号」により、大気環境自動測定局未設置地域 4 地点における一般環境調査（表 11）を実施した。乗鞍スカイライン（壘平）については、マイカー規制実施に伴う大気環境調査として実施している。揖斐総合庁舎及び関市役所において、光化学オキシダントが環境基準値（1 時間値：0.06ppm 以下）を超過した。

また御嶽山噴火以降、下呂市小坂町において噴煙による大気への影響調査を実施している。これまでの結果、同地点において光化学オキシダント以外の項目で環境基準値の超過は認められなかった。

表 11 一般環境調査地点

地域	調査地点
中濃	揖斐総合庁舎（揖斐川町）
	関市役所（関市）
飛騨	乗鞍スカイライン（壘平）（高山市）
3地点（2市1町）	

## 3) 微小粒子状物質の成分調査

各務原市及び美濃加茂市で、環境大気中の微小粒子状物質 (PM<sub>2.5</sub>) を採取し、質量濃度、炭素成分、イオン成分及び無機元素の成分分析を行った (表 12)。

表 12 PM<sub>2.5</sub>成分分析の概要

調査地点数	検体数	調査項目	延項目数
2	112	質量濃度、OC, EC, Cl <sup>-</sup> , NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> , SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> , Na <sup>+</sup> , NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> , K <sup>+</sup> , Mg <sup>2+</sup> , Ca <sup>2+</sup> , Na, Al, K, Ca, Sc, Ti, V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu, Zn, As, Se, Rb, Mo, Sb, Cs, Ba, La, Ce, Sm, Hf, W, Ta, Th, Pb, Cd	4592

## [水質関係]

## 1) 水質環境基準監視測定 (地下水)

水質汚濁防止法第 16 条 1 項の規定による水質測定計画に基づいて環境基準項目の測定 (延べ項目数 : 1,923) を実施した結果、基準値を超過した件数は、地下水のメッシュ調査 (全項目) 53 地点において 1 件、メッシュ調査 (自然由来項目) 14 地点において 1 件、VOC 重点調査 20 地点において 0 件、モニタリング調査 51 地点において 41 件であった (表 13)。

表 13 地下水の水質基準監視測定の概要

振興局/ 事務所	メッシュ調査 (全項目) 地点数	メッシュ調査 (自然由来項目) 地点数	VOC重点調査 地点数	モニタリング調査 地点数	延項目数
岐阜地域環境室	12	0	4	9	397
西濃振興局	13	0	3	6	409
揖斐事務所	7	0	0	0	196
中濃振興局	8	1	3	10	282
中濃事務所	7	5	2	6	274
東濃振興局	2	2	1	12	99
恵那事務所	2	2	2	4	104
飛騨振興局	2	4	5	4	162
合計	53	14	20	51	1923

## 2) 河川及び土壌・地下水の汚染事故等による水質調査

羽島市、大垣市、多治見市、下呂市及び高山市において、河川の水質汚濁事故及び過去の土壌・地下水汚染事故の追跡調査 (詳細調査) として、周辺の河川水・地下水の水質検査 (延件数 : 174 件、延項目数 : 229) を実施した (表 14)。多治見市 (ふっ素)、下呂市 (砒素) 及び高山市 (砒素) における地下水汚染事故については、周辺調査地区内の井戸において、地下水環境基準値を超過した地点が更に判明した。

表 14 河川の水質汚濁事故及び土壌・地下水汚染事故に伴う調査の概要

振興局／事務所	市町村	件数	延項目数	測定項目
岐阜地域環境室 西濃振興局 東濃振興局	羽島市	5	5	砒素
	大垣市	7	26	pH, 残留塩素, 六価クロム, 全シアン
	多治見市	11	11	六価クロム
	多治見市	6	12	テトラクロロエチレン, トリクロロエチレン
	多治見市	22	22	硝酸性窒素
	多治見市	24	48	砒素, 六価クロム
	多治見市	3	9	鉛, ふっ素, 六価クロム
飛騨振興局	下呂市	13	13	砒素
	高山市	27	27	砒素
	高山市	53	53	砒素
	高山市	3	3	鉛
合計		174	229	

3) フェロシルトによる土壌汚染事故に伴う河川水地下水調査

本巣市におけるフェロシルト埋設地周辺の河川水・地下水調査(延件数:5件, 延項目数:10)を実施した結果, 全て環境基準値未満であった。

[廃棄物関係]

1) リサイクル認定製品調査

岐阜県リサイクル認定製品について, 社会的信頼性の確保に必要な安全性を確認するため, 既認定製品及び新規認定製品についての溶出検査を実施した結果(表15), 全ての製品が環境基準を満たしていた。

表 15 リサイクル認定製品の調査概要

製品の種類	検体数	延項目数
既認定製品	42	420
新規認定製品	18	185
合計	60	605

[微量化学物質関係]

1) ダイオキシン類モニタリング調査

ダイオキシン類対策特別措置法第26条第1項の規定に基づき, 県内の環境大気, 河川水, 地下水及び河川底質及び土壌中のダイオキシン類を測定した結果, 全てが環境基準値未満であった(表16)。

表 16 ダイオキシン類モニタリング調査

調査内容		地点数	検体数
一般調査	環境大気	3	6
	河川水	7	7
	河川底質	4	4
	地下水	3	3
	発生源周辺土壌	3	3
追跡調査	河川水	2	8
	河川底質	2	2
合計		24	33

## [放射能関係]

## 1) 水道水の放射性物質モニタリング検査

県内の3水系を原水とする水道水について、安全性を確認するため、放射性物質モニタリング検査を実施した結果、放射性ヨウ素及び放射性セシウムは検出されなかった(表17)。

表17 水道水の放射性物質モニタリング検査の概要

調査対象	水系	延検体数
浄水	3(長良川, 揖斐川, 神通川)	36

## 2) 土壌中の放射性物質測定調査

緊急時放射能モニタリングに対する平常時のデータを取集するため、土壌中の放射性物質の調査を実施した(表18)。

表18 土壌中の放射性物質測定調査の概要

調査対象	採取層	延検体数
表層土壌	0-5cm	21

## 3.4 食品安全検査センター

## 3.4.1 調査研究

## 1) LC-MS/MS を活用したアレルギー物質検査法の開発

(平成25年度～27年度)

本研究は、子供を中心に増加傾向にある食品アレルギー事例への検査体制を整えるため、高感度質量分析器LC-MS/MSおよび岐阜県消費者行政活性化基金で導入した専用の解析ソフトを活用し、特定原材料(卵, 牛乳, 小麦, そば, 落花生等)に含まれるアレルギー物質を高精度に定量分析する手法の開発を目指している。平成26年度は、海老, 蕎麦, 果実のアレルギー物質の特異的マーカーペプチドを選別し、分析条件の検討を行った。さらに、本手法と公定法であるELISA法の比較検討したところ、良好な相関関係が得られた。

## 2) バイケイソウ, コバイケイソウの中毒原因物質に関する研究

(平成25年度～27年度)

バイケイソウ, コバイケイソウに代表されるバイケイソウ類の誤食による中毒は、有毒植物による中毒事例の中で最も件数が多く、近年では東日本を中心に毎年のように報告されている。岐阜県は、バイケイソウ類の生育に適した湿地帯が多く、平成13年5月と22年4月に中毒が発生している。本研究は、バイケイソウ類による中毒が発生した場合に備え、中毒残品の植物種を鑑定する技術と、患者の尿・血清に含まれる毒成分を定量する技術の開発を目的とする。平成26年度は、バイケイソウ類に含まれる毒性成分の液体クロマトグラフによる分離条件を検討した。

## 3.4.2 行政検査

## 1) 残留抗生物質検査

牛乳10検体について残留抗生物質(オキシテトラサイクリン, クロルテトラサイクリン, テトラサイクリン)の検査を実施したところ、すべて不検出であった。

## 2) 残留合成抗菌剤検査

国内で生産されている鶏卵11検体(県内産9検体, 県外産2検体)について、サルファ剤5種(サルファチアゾール, スルファメラジン, スルファジミジン, スルファモノメトキシ, スルファジメトキシ)の残留検査を実施したところ、いずれも不検出であった。

3) 重金属検査

県内で生産された玄米3検体についてカドミウムの検査を行った。その結果、不検出(2検体), 0.04ppm(1検体)であり、成分規格基準(0.4ppm未満)に適合していた。

4) 残留農薬検査

平成26年度は県内産農産物72検体, 県外産農産物4検体の計76検体について延べ8,607項目の検査を実施した。その結果、いずれの検体からも基準値以上の農薬は検出されなかった(表19)。

表19 残留農薬の検査結果

試料名	検体数	検査項目数	検査結果
県内産野菜	50	6,050	アセタミプリド(0.006ppm~0.11ppm/3検体), アジキストロビン(0.087ppm/1検体), イタクロプロリド(0.009ppm~0.81ppm/3検体), トリアジメノール(0.007ppm/1検体), フェントロチオン(0.008ppm/1検体), プロシメトリン(0.03ppm/1検体), ヘルメトリン(0.034ppm/1検体), ルフェスロン(0.015ppm~0.063ppm/2検体)
県内産果実	12	1,452	イタクロプロリド(0.010ppm~0.049ppm/3検体), テフコナゾール(0.021ppm/1検体), テフフェンピラト(0.002ppm/1検体), ビフェントリン(0.025ppm/1検体), ルフェスロン(0.008ppm/1検体)
県内産穀類	3	363	プロモプロチド(0.005ppm/1検体)
県内産牛乳	4	16	全て不検出
県内産茶	2	242	クロルフェナピル(1.8ppm/1検体), プロプロフェジソン(0.007ppm/1検体)
県外産農産物	4	484	全て不検出

5) PCB検査

PCB汚染として最も重要なものとして考えられる食品のうち、鶏卵2検体について検査を実施した。測定結果はすべて不検出であった(表20)。

表20 食品中に残留するPCB

食品名	検体数	検査結果	暫定的規制値
鶏卵	2	不検出	0.2ppm

6) 陶磁器製器具の規格試験

県内産陶磁器製品24検体についてカドミウム及び鉛の溶出試験を行ったところ、基準を超えるものはなかった(表21)。

表21 陶磁器の規格及び検査結果

区分		規格		不随/検体	検査結果	
		鉛	カドミウム		鉛	カドミウム
深形のもの (深さ2.5cm以上)	容量1.1ℓ以上	1ppm	0.25ppm	0/0	—	—
	容量1.1ℓ未満	2ppm	0.5ppm	0/18	不検出	不検出
浅形のもの(深さ2.5cm未満)		8μg/cm <sup>2</sup>	0.7μg/cm <sup>2</sup>	0/6	不検出	不検出

7) 輸入食品の検査

1. 残留農薬検査

野菜 40 検体, 果実 5 検体, 豆類 2 検体, 熱帯産果実 6 検体, かんきつ類果実 15 検体, 穀類 9 検体, 種実類 3 検体の計 80 検体について延べ 9, 680 項目の残留農薬の検査を実施した。全ての検体で基準値以上の農薬は検出されなかった(表 22)。

表 22 残留農薬の検査結果

試料名	検体数	検査項目数	検査結果	試料名	検体数	検査項目数	検査結果
アスパラガス	2	242	不検出	大豆	7	847	不検出
アボカド	1	121	イミダクロプロリト <sup>®</sup> (0.016ppm/1 検体)	たまねぎ	1	121	不検出
いんげん	6	726	アセタミプロリト <sup>®</sup> (0.025ppm/1 検体) アゾキシストロビ <sup>®</sup> ン(0.006ppm~ 0.008ppm /2 検体)	にら	1	121	不検出
えだまめ	3	363	アセタミプロリト <sup>®</sup> (0.006ppm/1 検体), ピフェントリン(0.029ppm/1 検体)	にんじん	1	121	不検出
おくら	1	121	不検出	にんにく	5	605	不検出
オレンジ	6	726	シマジン(0.004ppm~0.015ppm /2 検体), テトラコナゾール(0.005ppm/1 検体), ピラクロストロビ <sup>®</sup> ン (0.034ppm/1 検体), メチダチオン (0.47ppm/1 検体)	ねぎ	2	242	プロシミト <sup>®</sup> ン(0.17ppm/1 検体)
かぼちゃ	2	242	イミダクロプロリト <sup>®</sup> (0.024ppm~ 0.035ppm/2 検体), テトラコナゾール (0.005ppm/1 検体), ピフェントリン (0.0045ppm/1 検体), ミクロフタニル (0.013ppm/1 検体)	パインアップル	1	121	不検出
キウイ	3	363	不検出	バター豆	1	121	不検出
グレープフルーツ	5	605	2,4-D(0.014ppm/1 検体), イミダ クロプロリト <sup>®</sup> (0.11ppm/1 検体), エチオ ン(0.004ppm/1 検体), クロルピリホス (0.024ppm~0.068ppm/2 検体), ピラクロストロビ <sup>®</sup> ン(0.012ppm~ 0.023ppm /3 検体), ピリプロキシフ エン(0.0086ppm/1 検体), プロチホ ス(0.0025ppm/1 検体), マラチオン (0.002ppm /2 検体)	バナナ	3	363	不検出
ごぼう	1	121	不検出	パパイヤ	1	121	不検出
小麦粉	2	242	不検出	パプリカ	3	363	イミダクロプロリト <sup>®</sup> (0.009ppm~0.06 ppm /2 検体), クロルフェナピ <sup>®</sup> ル (0.16ppm/1 検体), チアクロプロリト <sup>®</sup> (0.058ppm/1 検体), テトラコナゾール (0.0052ppm/1 検体)
ごま	1	121	不検出	ピーマン	1	121	不検出
さといも	1	121	不検出	ブルーベリー	1	121	マラチオン(0.002ppm/1 検体)
しょうが	1	121	不検出	ブロッコリー	1	121	不検出
セロリ	1	121	ピラクロストロビ <sup>®</sup> ン(0.046ppm/1 検体) , プロピコナゾール(0.0089ppm/1 検 体), メキシフェノジト <sup>®</sup> (0.012ppm/1 検体)	ベビーライマ豆	1	121	ピフェントリン(0.0028ppm/1 検体)
				ほうれん草	2	242	イミダクロプロリト <sup>®</sup> (0.007ppm/1 検体)
				マンゴー	1	121	不検出
				メロン	1	121	イミダクロプロリト <sup>®</sup> (0.012ppm/1 検体) , ベルメトリン(0.019ppm/1 検体)
				落花生	2	242	不検出
				レモン	4	484	2,4-D(0.007ppm~0.027ppm /2 検体), アゾキシストロビ <sup>®</sup> ン(0.16ppm~ 0.075ppm /2 検体), クロルピリホス (0.019ppm/1 検体)

## 2. 防かび剤・指定外添加物検査

わが国は、食料品の多くを海外に依存しているが、それらに使用される食品添加物の使用基準は国際的に不統一であるため、国内基準に合わない食品が輸入販売されている可能性がある。そこで、検疫所における検査結果等から、違反事例の多い項目を重点的に選んで、表 23 に示す検査を 21 検体について実施した。その結果、すべて基準に適合していた。

表 23 輸入食品中の食品添加物検査結果

食品名	原産国	検体数	検査項目数	検査項目	検査結果
菓子	中国	1	12	サイクラミン酸	不検出
	フランス	2		<i>tert</i> -ブチルヒドロキノン	不検出
	フィリピン	1			
	ベルギー	1			
	ポルトガル	1			
シロップ漬け	アメリカ	1	5	サイクラミン酸	不検出
	インドネシア	1			
	中国	3			
オレンジ	オーストラリア	3	30	オルトフェニルフェノール	不検出～0.4mg/kg
グレープフルーツ	アメリカ	1		チアベンダゾール	不検出～2.2mg/kg
	南アフリカ共和国	2		イマザリル	不検出～2.7mg/kg
レモン	アメリカ	2			
バナナ	フィリピン	2			
計		21	47		

## 3. 残留抗生物質検査

輸入ハチミツ 6 検体について残留抗生物質（オキシテトラサイクリン、クロルテトラサイクリン、テトラサイクリン、クロラムフェニコール）の検査を実施したところ、すべて不検出であった。

## 4. 残留合成抗菌剤検査

輸入エビ 8 検体についてサルファ剤 5 種（サルファチアゾール、サルファメラジン、サルファジミジン、サルファモノメトキシ、サルファジメトキシ）の残留検査を実施したところ、いずれも不検出であった。

## 5. アフラトキシン検査

アフラトキシンは、代表的なカビ毒であり、ナッツ類等に含有されている可能性がある。そこで輸入ナッツ類 5 検体についてアフラトキシンの検査を実施したところ、いずれの食品からも検出されなかった。

## 6. リステリアの検査

輸入ナチュラルチーズ 5 検体についてリステリア菌の分離検査を実施したところ、いずれの検体からも検出されなかった。

## 8) 食品添加物検査

県内に流通する輸入食品 122 検体を含む計 425 検体、延べ 6,663 項目について、添加物の使用実態を把握するために収去検査を実施した。その結果、不適正な添加物使用の食品は認められなかったが、一部の食品については添加物の適正な表示方法の指導対象となった（表 24）。

表 24 食品添加物検査の概要

検 査 項 目		検体数	項目数	
食品添加物	保存料	ソルビン酸	391	391
		安息香酸	391	391
		デヒドロ酢酸	391	391
		パラオキシ安息香酸エステル類	391	1,955
	甘味料	サッカリンナトリウム	158	158
		アセスルファムカリウム	158	158
	着色料	許可色素 12 種類	197	2,364
		許可外色素 4 種類	197	788
	発色剤	亜硝酸ナトリウム	46	46
	酸化防止剤	亜硫酸塩類	40	40
	漂白剤	亜硫酸塩類	11	11
計		2,341	6,663	

## 9) 遺伝子組換え食品検査

大豆 (8 検体) , トウモロコシ穀粒 (16 検体) , トウモロコシ加工品 (8 検体) の検査を実施した。いずれも組換え遺伝子是不検出であった。

## 10) 特定原材料(アレルギー物質) 検査

表示以外の特定原材料物質の使用の有無について、確認の検査を実施した。そば (8 検体) , 乳 (12 検体) , 卵 (12 検体) の検査を実施した結果、すべて不検出であった。

また、アレルギー対応食を提供している学校給食施設等において、アレルギー物質の混入対策が適切に実施されているかを確認した。4 施設 21 か所について拭き取り検査を実施し、アレルギー物質の混入対策指導の一助とした。アレルギー対応食については、乳(8 検体)、卵(8 検体)の検査を実施した結果、すべて不検出であった。

## 11) 放射性物質検査

東京電力福島第一原子力発電所の事故を受け、平成 23 年度から県内に流通する食品などについて放射性物質の検査を実施している。

平成 26 年度は、県内に流通する東日本産農畜水産物(80 検体)及び県内で生産された原乳(12 検体)、茶 (2 検体) について放射性セシウムの検査を実施したが、基準値を超えるものはなかった。

## 12) 異物・異臭等不良食品に伴う検査

消費者から相談のあった不良食品や学校給食における異物混入等の事案に対し、精密検査を実施した(表 25)。

表 25 異物等検査概要

不良事由	実施検体数
異物	33
異臭	2
虫	7
計	42

## 13) 牛乳等成分規格検査

牛乳等製造施設を対象に収去された乳製品 92 検体 (牛乳 63 検体, 乳飲料 26 検体, 乳類加工品 3 検体) の成分規格検査を実施したところ、すべて成分規格に適合していた。



14) 学校給食施設等衛生管理指導に伴う取去検査

23の集団給食施設31検体について細菌数、大腸菌及び黄色ブドウ球菌を検査したところ、すべて衛生規範に適合していた。また、サルモネラ属菌(10検体)及び腸管出血性大腸菌026, 0111, 0157(7検体)は、すべて不検出であった。

15) 食中毒菌汚染実態調査

県内を流通する食品(120検体中当所実施分33検体)の細菌汚染実態調査(国委託事業)を行った。

生食用野菜27検体については、E.coli(27検体)、腸管出血性大腸菌026, 0111, 0157(14検体)及びサルモネラ属菌(9検体)を検査し、2検体からE.coliが検出された。ミンチ肉等6検体については、腸管出血性大腸菌026, 0111, 0157及びサルモネラ属菌を検査し、いずれも不検出であった。

また、県内の他検査機関(保健所)で検出されたサルモネラ属菌2株について同定検査を行った。

16) 枝肉の微生物検査

と畜場における枝肉の微生物汚染実態調査として、拭き取り40検体について生菌数及び大腸菌群数の検査を行った。

17) 食中毒関連検査

管内で発生した食中毒(疑い含む)事例に関する一次検査及び県内(岐阜市を除く)事例における原因物質究明のための確認・同定検査を実施した(表26)。

表26 食中毒関連検査

一次検査 (21事例)		食品	拭き取り	従事者便	有症者便	その他	計
検体数		12	84	111	69	2	278
検査項目	既知食中毒起因菌	12	84	108	65	2	271
	ノロウイルス	—	—	92	66	—	158
ノロウイルス 確認検査 (29事例)		陽性確認			その他		計
Genogroup		G I		G II		G I	G II
検体(PCR産物)数		17		125		—	6
確認・同定検査 (10事例)		原因物質	検体種別	検体数	検査項目		
		カンピロバクター	菌株	14	遺伝子検査 馬尿酸塩加水分解試験		
		黄色ブドウ球菌	食品	2	エンテロトキシン		
			菌株	120	エンテロトキシン遺伝子 コアグララーゼ型別 PFGEによる遺伝子解析		
		セレウス菌	菌株	23	セレウリド合成遺伝子		
		ウエルシュ菌	菌株	15	エンテロトキシン遺伝子		
		病原性大腸菌	糞便 10倍乳剤	27	病原因子スクリーニング (検出菌について実施) 血清型別, PFGEによる遺伝子解析		
					菌株	2	病原因子・血清型別
		クドア	食品	1	クドア・セプテンブククタータ遺伝子		
			糞便	11			
		植物性自然毒	植物(スイセン)	3	有毒アルカロイド類		
計				218			

## 18) 環境検査

## 1. 公共用水域水質検査（河川定点調査・水浴場水）

水質汚濁防止法第 16 条第 1 項の規定による水質測定計画に基づいて生活環境項目等の測定（延べ項目数：1,346）を実施した（表 27）。

表 27 公共用水域水質検査

事業	水域名	地点数	測定回数	検査項目	検体数	項目数
河川 定点	木曾川	8	12	pH, BOD, COD, SS, 大腸菌群数,	96	662
		2	4	ふん便性大腸菌群数, 全窒素,	8	42
	長良川	6	12	全燐, 全シアン, 六価クロム,	72	496
		4	4	クロロフィルα 等	16	74
水浴場	長良川	2	8	pH, COD, O157 等	16	72
計		22	40		208	1,346

## 2. 公害等水質検査（公害発生源立入検査・産業廃棄物最終処分場）

公害関係法令に基づく公害発生源の立入検査の実施に伴う排水水, 及び産業廃棄物最終処分場 2 施設の排水水等の検査（延べ項目数：267）を実施した（表 28）。

表 28 排水水等の水質検査

事業項目	検体数	項目数
公害発生源立入検査に伴う水質検査	39	142
産業廃棄物処分場水質検査	25	125
計	64	267

## 3. レジオネラ属菌汚染状況調査等に伴う水質検査

レジオネラ属菌汚染状況調査に伴う水質検査, 及びレジオネラ症患者発生時の水質検査（延べ項目数：155）を実施した（表 29）。

表 29 レジオネラ属菌汚染状況調査等に伴う水質検査

事業項目	検体数	項目数
レジオネラ属菌汚染状況調査に伴う水質検査	25	150
レジオネラ症患者発生時の水質検査	5	5
計	30	155

## 19) その他行政検査（一部内容については再掲）

- 平成 26 年 5 月, 河川敷で採取した植物を調理し, 5 名が摂食したところ, 全員が吐き気, 嘔吐等の症状を呈し, 医療機関に救急搬送された。患者がニラと間違えた未調理の植物 2 検体と採取地である河川敷に自生していた植物 1 検体について, スイセン類に含まれる毒性成分を検査した結果, 病因物質はガラントミン等のヒガンバナ科アルカロイドであると断定した。
- 平成 26 年 9 月, スーパーで販売されたマメアジにフグが混入する事案があり, 名古屋女子大学の駒田教授による鑑定の結果, いずれも「シロサバフグ」と鑑定された。当研究所において, 毒性成分のテトロドトキシンを LC-MS/MS により分析したところ不検出であった。
- 平成 27 年 2 月, おかきからメントール臭がするという苦情があり, 官能検査の結果, 苦情残品およびその個包装に強いメントール臭が認められた。当研究所において GC-MS によりにおいを分析したところ, 苦情残品及び個包装から, メントールが検出された。

4. 平成 27 年 2 月, はちみつから強い薬品臭がするとの苦情があり, 保健所の聞き取り調査から, 養蜂業者が巣礎付近でクレゾールを散布したことが判明した. 当研究所において, 苦情品のはちみつ, 製造所のタンク底のはちみつおよび苦情品のはちみつを採取した巣礎を GC-MS/MS および GC-MS により分析した結果, いずれにおいてもすべての検体からクレゾールが検出された.

### 3.4.3 依頼検査

#### 1) 放射性物質検査

県内の保健所において県民(県内企業)から相談を受けた「食品」, 「井戸水等の飲料水」について, 保健環境研究所で検体を受付け, 放射性セシウムの依頼検査を実施している.

今年度, 検査の依頼はなかった.

#### 2) 腸内細菌検査

岐阜保健所及び関保健所にて受け付けた給食, 食品施設及び水道施設従事者の健康診断に伴う腸内細菌依頼検査を実施している.

依頼 512 検体について, 赤痢菌・サルモネラ属菌(512 検体)及び腸管出血性大腸菌 O157(33 検体 \*うち 12 検体は 026 も含む)を検査したところ対象菌は検出されなかった.

## 4 技術指導及び支援

## 4.1 保健所職員等の研修

年月日	研修内容	受講者	担当部
26. 4. 11	有毒植物研修会	食品衛生監視員等	食品安全検査センター
4. 30	公害関係立入検査研修会（講義・実習）	振興局環境課職員等（22名）	環境科学部
5. 23	感染症・食中毒疫学研修会（基礎研修）	保健所職員等（29名）	保健科学部
6. 12～13	第1回保健所試験検査担当者研修会（講義，実習）	保健所職員等（12名）	保健科学部 食品安全検査センター
7. 10	感染症・食中毒疫学研修会（事例検討研修）	保健所職員等（20名）	保健科学部
9. 26	学校給食アレルギー拭取り検査説明会	保健所食品衛生監視員	食品安全検査センター
9. 26	毒キノコ研修会	保健所食品衛生監視員	食品安全検査センター
11. 21	平成26年度感染症・食中毒疫学研修会（講演会）	保健所職員等（36名）	保健科学部
11. 27～28	第2回保健所試験検査担当者研修会（講義，実習）	保健所職員等（10名）	食品安全検査センター
27. 2. 25	感染症・食中毒疫学研修会（報告会）	保健所職員等（22名）	保健科学部

## 4.2 講師派遣

## 「研修講師等」

年月日	内容	場所	受講者	担当者
26. 6. 30	ノロウイルス検査精度管理	東濃保健所	東濃保健所試験検査担当	葛口 山口
7. 2	ノロウイルス検査精度管理	西濃保健所	西濃保健所試験検査担当	葛口 山口
7. 8	ノロウイルス検査精度管理	飛騨保健所	飛騨保健所試験検査担当	葛口
7. 14	西濃地域公衆衛生協議会 地域保健衛生活動研修会	大垣市 (西濃保健所)	公衆衛生協議会員及び保健所等 (30名)	岡(隆) 鈴木
9. 12	レジオネラ属菌について	下呂市	温泉施設管理者等（64名）	酢谷
10. 10	家畜の肝臓のカンピロバクター検査	京都市	全国食肉衛生検査所協議会近畿 ブロック関係機関職員（30名）	亀山
11. 21	NBC 災害発生時の対応〔化学剤の概要〕	各務原市	消防職員・救助科（35名）	堀内

## 「出前講演」

年月日	内容	場所	受講者	担当者
26. 8. 22	食品アレルギー出前講演	大野町	揖斐郡大野町	永井・丸山
8. 29	統一精度管理事業における留意点（平成25年度結果）及び意見交換会	岐阜市	岐阜県環境計量証明事業協会 (16名)	佐々木
11. 19	冬場に気をつけたい感染症とその対策について	各務原市	特別養護老人ホーム職員	葛口
27. 2. 3	平成26年度統一精度管理事業結果について	岐阜市	岐阜県環境計量証明事業協会 (23名)	岡(正)

「所内見学」

年月日	団体名	人数	見学先
26. 7. 1	那加第2小学校3年生見学	18	環境科学部, 生活科学部, 食品安全検査センター
7. 2	岐阜県立岐阜農林高等学校 食品科学科2年生見学	43	食品安全検査センター
7. 3	岐阜大学応用生物科学部獣医学科課程4年生見学	33	所全体
7. 30	岐阜県農業教育研究会加工系部会会員視察	20	食品安全検査センター
9. 1	岐阜医療科学大学保健科学部臨床検査学科3年生見学	1	所全体
9. 3	健康福祉政策課インターンシップ研修	1	所全体
9. 19	愛知県環境調査センター・衛生研究所職員見学	6	所全体
10. 2	岐阜保健所インターンシップ	1	所全体
11. 20	東濃保健所研修医の視察	3	所全体

4.3 研修生の受入

年月日	研修内容	受講者	担当者
7. 30	「食品添加物の分析実験」について	岐阜県高等学校農業科職員	理化学第二係他
8. 19	岐阜大学応用生物科学部獣医学科課程5年生 (インターンシップ)	岐阜大学学生 3名(インターンシップ) (応用生物科学部獣医学課程5年生)	後藤 小林
8. 21	生活科学部業務の概要 医薬品等分析業務とその実際について	名城大学学生 1名(インターンシップ) (薬学部 5年生)	筑本 堀内

4.4 技術支援(現場での指導等)

年月日	研修内容	受講者	担当者
26. 5. 24	そば蜂蜜に含まれるにおい成分の分析について	株式会社秋田屋本店 品質管理部	南谷 坂本
6. 26~ 27. 3. 17	岐阜県医薬品等GXP研究会 ・労働安全衛生およびGMP省令施行通知の改訂について ・成果報告会	岐阜県医薬品等GXP研究会	堀内 筑本
10. 2	試験検査室の立入調査および指導	県内製薬企業	多田
27. 1. 15	そば蜂蜜に含まれるにおい成分の分析について	株式会社秋田屋本店 品質管理部	南谷

4.5 来所者等への個別指導

所属機関	保健科学部	生活科学部	環境科学部	食品安全検査センター
県関係	3	4	1	0
市町村	0	0	1	0
その他*	6	0	5	2
計	9	0	7	2

※民間検査機関, 製造業者等を含む.

## 5 行 事

## 5.1 会議等

年 月 日	会 議 名	場 所	出席人数
26. 4. 11	保健所等関係課長会議	岐阜市	4
4. 17	保健所感染症対策担当者会議	岐阜市	2
4. 17	環境行政会議	岐阜市	1
4. 21	保健所等生活衛生関係係長会議	岐阜市	5
4. 22	市町村等環境保全担当者打合わせ会議	岐阜市	1
4. 24	一般社団法人岐阜県工業会第1回幹事会	各務原市	1
4. 25	第1回保健所長等会議	岐阜市	1
5. 9	保健所試験検査係長会議	岐阜市	3
5. 14	地方衛生研究所全国協議会東海北陸支部総会東海ブロック総会	岐阜市	5
5. 15	腸管出血性大腸菌感染症に係る関係課連絡会議	岐阜市	2
5. 22	第1回岐阜県リサイクル認定製品認定審査付託検討会議	岐阜市	1
6. 5	全国地方衛生研究所所長会議	東京都	1
6. 6	地方衛生研究所全国協議会臨時総会	東京都	1
6. 20	地方衛生研究所全国協議会東海北陸支部総会	岐阜市	5
6. 24	岐阜県水道水質管理計画に係る意見交換会	岐阜市	1
7. 2	全環研東海・近畿・北陸支部共同調査研究会議	大阪市	1
7. 11	保健所等課長会議	岐阜市	1
7. 24	地方衛生研究所東海北陸ブロック会議	名古屋市	1
7. 30	環境測定分析統一精度管理調査説明会 (H25年度分)	大阪市	1
7. 31	環境測定分析統一精度管理東海・近畿・北陸支部ブロック会議	神戸市	2
8. 5	第1回岐阜県動物由来感染症情報関連対策整備検討会	岐阜市	3
8. 12	危険ドラッグ条例に関する打ち合わせ	東京都	1
9. 3	腸管出血性大腸菌感染症に係る関係課連絡会議	岐阜市	3
9. 5	動物由来感染症発生動向調査打合せ	岐阜市	2
9. 5	全環研東海・近畿・北陸支部総会	金沢市	2
9. 5	第1回岐阜県環境審議会水質部会	岐阜市	1
9. 8	花粉の鑑定判別に係る会議	岐阜市	1
9. 12	東海地区環境試験研究機関所長総務課長等会議	名古屋市	2
9. 16	第1回岐阜県建設発生土処理対策調査委員会	岐阜市	1
9. 19	第2回岐阜県リサイクル認定製品認定審査付託検討会議	岐阜市	1
10. 2~3	地方衛生研究所全国協議会東海・北陸支部理化学部門専門家会議	名古屋市	2
10. 8	一般社団法人岐阜県工業会第3回幹事会	各務原市	1
10. 17	東海地区環境試験研究機関会議大気・騒音分科会	静岡市	1
10. 24	感染症担当係長会議	各務原市	2
10. 29	地方衛生研究所東海北陸支部地域レファレンスセンター連絡会議	名古屋市	1
10. 30	エボラ出血熱への対応に関する緊急会議	岐阜市	1
11. 4~5	地方衛生研究所全国協議会総会	宇都宮市	1
11. 10	第2回薬事担当者会議	岐阜市	1
11. 17	第2回岐阜県環境審議会水質部会	岐阜市	1
11. 26~28	国立環境研究所との共同研究会議	つくば市	1
11. 25	全国疫学情報ネットワーク構築会議	東京都	1
11. 28	地方衛生研究所東海北陸ブロック会議	名古屋市	1
12. 5	保健所等課長会議	岐阜市	2
12. 16	第1回岐阜危険ドラッグ解析技術連携協議会	岐阜市	3
12. 22	感染症対策に係る保健所等所長会議	岐阜市	1
27. 1. 12~13	ポリオ環境水調査(厚労科研費)研究班会議	東京都	1
1. 19	第3回岐阜県リサイクル認定製品認定審査付託検討会議	岐阜市	1

年月日	会 議 名	場 所	出席人数
1. 20	一般社団法人岐阜県工業会第4回幹事会	各務原市	1
1. 21	第2回岐阜県建設発生土処理対策調査委員会	岐阜市	1
1. 23	全環研東海・近畿・北陸支部有害化学物質部会	和歌山県	2
1. 23	東海地区環境試験研究機関会議水質・化学物質分科会	浜松市	2
1. 23	第3回保健所長等会議	岐阜市	1
1. 29～30	公衆衛生情報研究協議会	宇都宮市	1
2. 2	国設酸性雨担当者会議	東京都	1
2. 3	酸性雨モニタリング(陸水)調査説明会	東京都	1
2. 4	全環研協議会総会	東京都	1
2. 5	地方公共団体環境試験研究機関等所長会議	東京都	1
2. 16	岐阜・西濃地域における目のかゆみ等アレルギー様症状集団発生への対策会議	岐阜市	2
2. 23	第3回岐阜県環境審議会水質部会	岐阜市	1
2. 27	岐阜県肝炎対策協議会	岐阜市	1
3. 6	第2回岐阜危険ドラッグ解析技術連携協議会	各務原市	5
3. 6	第2回岐阜県動物由来感染症情報関連対策整備検討会	岐阜市	3
3. 11	岐阜県エイズ対策推進協議会	岐阜市	1
3. 11	放射線監視結果収集調査検討会	東京都	1
3. 19	全環研東海・近畿・北陸支部共同調査研究会議	神戸市	1

## 5.2 研修会等

年月日	研 修 名	場 所	出席人数
26. 4. 10～11	サーベイランス業務従事者研修	東京都	1
4. 16	岐阜県産業技術センター環境・化学部 研究成果発表会・講演会	笠松町	2
4. 23	動物愛護センター開所式	美濃市	1
4. 25	溶出試験器基礎セミナー	名古屋市	1
5. 22	病原体等包装・運搬講習	大阪市	1
5. 26～29	臭気分析研修	所沢市	1
5. 27	平成26年度ISリーダー研修会	岐阜市	1
5. 29	食品異物研修	名古屋市	1
6. 2～6	アスベスト分析研修	所沢市	1
6. 3	AB SCIEX 初級定量トレーニングコース	東京都	1
6. 6	レジオネラ属菌検出法に関する研修会	射水市	1
6. 13	国際規制物質に関する講習会	大阪市	1
6. 26～27	衛生微生物技術協議会第35回研究会	東京都	2
6. 29～7. 4	結核研究所研修	清瀬市	1
7. 1～4	第2種放射線取扱主任者受験講習会	大阪市	1
7. 3～4	食品異物検査講習会	八王子市	2
7. 8	クロマト基礎セミナー	岐阜市	1
7. 22～25	バイオ・セーフティ技術講習会	習志野市	1
7. 29～8. 1	第28回ペストロジー実習講座	川崎市	1
7. 30	食品中残留物質分析技術セミナー	名古屋市	1
8. 1	静岡県分析機器研修会	静岡市	1
9. 5	全国公衆衛生獣医師協議会調査研究発表会	東京都	1
9. 5	放射線取扱主任者定期講習会	京都市	1
9. 12	食品安全技術情報セミナー	東京都	1
9. 19	SEM・EDS 操作入門セミナー	大阪市	2
9. 23～10. 3	環境放射能分析研修・測定の基礎	千葉市	1
9. 25	バリデーション研修	東京都	1
9. 25	アジレント環境無機分析セミナー	名古屋市	1

年月日	研 修 名	場 所	出席人数
9.30~10.2	GC/MS カストマトレーニング研修	大阪市	1
10.9~10.10	地方衛生研究所全国協議会東海・北陸支部環境保健部会	津市	1
10.10	食品衛生検査施設信頼性確保部門責任者等研修会	東京都	1
10.15	食品衛生検査セミナー	名古屋市	1
10.15~16	感染症危機管理研修会	東京都	1
10.31	「食の安全」に関する研修会	岐阜市	5
11.5	島津セミナー 分析法バリデーション	京都市	1
11.8	県食品衛生監視員等研修会(特別講演)	岐阜市	1
11.11	食品の安全・安心シンポジウム	岐阜市	2
11.14	地方衛生研究所全国協議会近畿支部自然毒部会研究発表会	和歌山市	2
11.14	岐阜県公衆衛生研修会	多治見市	2
11.21	感染症・食中毒疫学研修会(講演会)	岐阜市	6
11.25	エボラ出血熱疑似症患者の移送の実地訓練	岐阜市	4
11.26	食品衛生精度管理セミナー	東京都	1
11.27~28	動物由来感染症に係る技術研修	東京都	1
12.1~3	バイオセーフティ技術講習会	習志野市	1
12.2~11	環境放射能分析研修(環境放射能分析・測定の基礎)	千葉市	1
12.3	一類感染症ワークショップ	岐阜市	1
27.1.9	岐阜県食品衛生監視員等研修会	岐阜市	3
1.15	第29回全環研東海・近畿・北陸支部研究会	四日市市	1
1.16	指定薬物分析研修会議	東京都	1
1.23	クリーンルームセミナー	名古屋市	1
1.29~30	第28回公衆衛生情報研究協議会研究会	宇都宮市	1
1.29~30	化学物質環境実態調査環境科学セミナー	東京都	2
1.30	東海北陸ブロック環境衛生監視員研修会	岐阜市	6
1.31	第149回質量分析関西談話会	京都市	1
2.2	結核対策特別促進事業担当者講習会	岐阜市	2
2.3~4	LC-MS/MS 技術研修	東京都	1
2.4~6	第2種放射線取扱主任者講習	京都市	1
2.5~6	地方衛生研究所全国協議会東海北陸支部衛生化学部会	富山市	6
2.6	平成26年度生活衛生関係技術担当者研修会	東京都	1
2.13	保健環境研究所調査研究発表会並びに 食品衛生監視員等研修会・保健所試験検査担当者研修会	岐阜市	21
2.17~18	希少感染症診断技術研修会	東京都	2
2.19	岐阜県食肉衛生検査技術研修会	大垣市	2
2.26~27	全環研東海・近畿・北陸支部共同調査研究講演会・勉強会	鳥羽市	1
2.28	カルバペネム耐性腸内細菌(CRE)セミナー	東京都	1
3.2	岐阜大学公開講座「気になる感染症」	岐阜市	4
3.3	厚生労働省通知法によるEHEC検査実習	町田市	1
3.4~5	質量分析トレーニング	東京都	1
3.6	生活衛生関係技術担当者研修会	東京都	1
3.5~6	地方衛生研究所全国協議会東海北陸支部微生物部会	名古屋市	7
3.9	愛知県衛生研究所技術研修会	名古屋市	2
3.11	GMP 専門教育	東京都	1
3.11	群馬県衛生環境研究所・食品安全検査センター業績発表会	前橋市	1



### 5.3 学会等

年月日	学 会 名	場 所	出席人数
5.15～16	第107回日本食品衛生学会学術講演会	東京都	2
7.4～5	日本法中毒学会33年会	名古屋市	1
9.16～18	大気環境学会年会	松山市	1
9.18～19	第35回日本食品微生物学会学術総会	堺市	1
10.15～17	第56回天然有機化合物討論会	高知市	1
11.20～21	第51回全国衛生化学技術協議会年会	別府市	3
11.30	第47回東海薬剤師学術大会	静岡市	1
27.1.30	第60回日本水環境学会セミナー	東京都	1
2.13～15	日本獣医師会獣医学術学会年次大会	岡山市	1
2.19	第49回ペストコントロールフォーラム	名古屋市	2
3.26～28	第88回日本細菌学会	岐阜市	1
3.26～29	日本農芸化学学会	岡山市	1
3.28	日本薬学会 第135年会	神戸市	1

### 5.4 講演会等

[保健環境研究所調査・研究発表会]

平成27年2月13日 職員研修所(ふれあい福寿会館) 7A研修室

- 1 危険ドラッグに含まれるカチノン系薬物の識別方法の検討
- 2 食品異物混入事案への対応
- 3 黄色ブドウ球菌食中毒に関する検査対応についてーPOT法による分子疫学解析ー
- 4 レジオネラ属菌迅速検査法の検討
- 5 食中毒事例等における環境からのノロウイルス検出状況(平成21年度から平成25年度)

## 6 検査備品及び図書等

## 6.1 主要検査備品

品名	規格	数量	購入年度	所属
超低温フリーザー	サンヨー MDF-794AT	1	H23	保健
PCR装置	バイオラッド C1000 Touch サーマルサイクラー	2	H23	保健
超純水製造装置	日本ミリポア Milli-Q Integral 3S	1	H23	保健
リアルタイムPCR	Applied Biosystems StepOnePlus	1	H21	保健
RNA自動抽出装置	QIAGEN QIAcube	2	H21	保健
感染動物飼育装置	日本クレア FRPバイオ2000	1	H19	保健
超低温フリーザー	サンヨー MDF-393AT	1	H18	保健
超低温フリーザー	サンヨー MDF-593AT	1	H18	保健
遺伝子増幅装置	BIO-RAD iCycler	1	H18	保健
CO2インキュベーター	サンヨー MCO-36AIC	1	H18	保健
CO2インキュベーター	サンヨー MCO-36AIC (UV)	1	H18	保健
遺伝子増幅装置	ABI Gene Amp PCR System 9700	1	H17	保健
ゲル撮影装置	TOYOBO FAS-III	1	H17	保健
Nano Drop (スプレトメーター)	Nano Drop ND-1000	1	H17	保健
遺伝子基本配列入力解析装置	日立 DNASISpro	1	H16	保健
パルスフィールド電気泳動装置	バイオラッド CHEF-DR III	1	H16	保健
SARSコロナウイルス検出用測定装置	ループアンプ LA-320C	1	H15	保健
冷却遠心機	クボタ 5922	1	H14	保健
DNA解析装置一式	ベックマンCEQ8000	1	H14	保健
遺伝子迅速検出システム	東京インスツルメンツ DNAscope4他	1	H13	保健
ゲルドキュメンテーション解析システム	日本バイオ・ラッド	1	H12	保健
遺伝子増幅装置	タカラ TP3000	1	H10	保健
高速冷却遠心分離器	日立 CR21F	1	H10	保健
超低温フリーザー	三洋電機 MDF-1155ATN他	1	H9	保健
DNA一次構造解析装置	ファルマシア	1	H8	保健
超音波洗浄装置	シャープ MU-624	1	H8	保健
落射型蛍光顕微鏡	オリンパス BX-60	1	H8	保健
濃縮遠心機	サーバント AES-1000	1	H7	保健
パルスフィールド電気泳動装置	バイオラッド CHEF-DR	1	H6	保健
超遠心分離器	日立 HIMAC CP-70G	1	H4	保健
多本架遠心機	トミー精工 RL-601	1	H4	保健
蛍光顕微鏡	ニコンXF-EFD2	1	H4	保健
顕微鏡	分干涉 ニコン	1	H4	保健
超低温フリーザー	サンヨーMDF-382	1	H4	保健
自動分注器	三光純薬 SGR-200	1	H3	保健
オートダイリユーター	三光純薬 SPR-2	1	H1	保健
デジタルマイクロスコープ	キーエンス VHX-2000 等	1	H24	生活
溶出試験用自動サンプリング装置	アジレント 8000シリジボンプタイプ15-7040	1	H23	生活
分液ロート振とう機	タイテック 強力振とう機SR-2DS	1	H23	生活
冷蔵装置	日本フリーザー 冷凍冷蔵庫	1	H23	生活
電器炉	アドバンテック 電器炉FUL240FA	1	H23	生活
PCRシステム	パーキンエルマー PCR9700	1	H23	生活
リアルタイムPCRシステム	タカラバイオ TP800	1	H23	生活
凍結マイクローム	ライカ社 CM1800	1	H23	生活
冷蔵装置	三洋電機 MEDICOOL	1	H23	生活
蛍光顕微鏡	オリンパス BX51-33-FLD-2, DP70-SET-A	1	H23	生活

品名	規格	数量	購入年度	所属
分光光度計	日本分光 V-650	1	H18	生活
マイクロプレートリーダー	バイオラッド モデル680	1	H18	生活
溶出試験器	バンケル VK-7000	1	H16	生活
液滴向流クロマトグラフ	東京理化 普及型DCCシステム	1	H13	生活
廃水処理対策システム付エボレーター	EYELA NVC-1100 SB-1000 CCA-1100	1	H13	生活
高速液体クロマトグラフ	アジレント LC-1100	1	H12	生活
真空凍結乾燥器	アドバンテック VF-350	1	H12	生活
超低温フリーザー	サンヨー MDF-U581	1	H12	生活
旋光度計	日本分光 P-1020GT	1	H10	生活
高速液体クロマトグラフ	島津 LC-10AD	1	H4	生活
二波長クロマトスキャナー	島津 CS-910	1	H4	生活
崩壊試験器	宮本理研工業 HM-2F型	1	H4	生活
イオンクロマトグラフ	島津 CBM-20A	1	H25	環境
PM2.5フィルタ秤量用恒温恒湿チャンバー	東京ダイレック PWS-PM2.5SE	1	H25	環境
フィルタ測定用マイクロ天びん	ザルトリウス・ジャパン MSA6.6S-000-DF	1	H25	環境
大気用シーケンシャルサンプラー	東京ダイレック 2025i	1	H25	環境
カーボンアナライザー	東京ダイレック Lab model	1	H25	環境
ローター	マイルストーンゼネラル MCR-6E	1	H25	環境
ホットプレート	イアス IAS06-PLA4-2	1	H25	環境
超音波洗浄機	日本エマソン CPX3800H-J	1	H25	環境
デスクトップPC	ASUS M51AC-JP007S	1	H25	環境
陸上ポンプ(浅井戸用)	日立 WM-P125W	1	H25	環境
モニタリングポンプ	グルンドフォスポンプ MP1	1	H25	環境
恒温水槽	トーマス科学機器 T-22LA	1	H25	環境
PHメーター	東亜DKK MM-60R	1	H25	環境
ホットプレート	アサヒ理化製作所 ATF-500	1	H24	環境
小型チューブ炉	光洋サーモシステム KTF030N1	1	H24	環境
薬用冷蔵ショーケース	パナソニックヘルスケア MPR-312DCN	1	H24	環境
分粒装置	柴田科学 角型フィルター用	1	H24	環境
ゲルマニウム半導体γ線検出器	キャンベラジャパン GC3018	1	H23	環境
全有機炭素計	島津 TOC-L	1	H23	環境
イオンクロマトグラフ	日本ダイオネクス ICS-2100	1	H23	環境
ICP発光分光分析計	サーモフィッシャーサイエンティフィック iCap6500 Duo	1	H23	環境
高分解能ガスクロマトグラフ質量分析装置ワークステーション	日本電子 MS Station PC	1	H21	環境
メカニカル制御攪拌機	IKA製 RW20デジタル	1	H21	環境
ハンディタイプ溶存酸素計	HORIBA製 OM-51-10	1	H21	環境
一酸化炭素メーター	BK PRECISION製 627	1	H21	環境
ホルムアルデヒド簡易測定器	新コスモス電機 XP-308B	1	H20	環境
イオンクロマトグラフ分析装置ワークステーション	日本ガイネックス Chromeleon CM6.8	1	H20	環境
卓上型超音波洗浄器	エスエヌティ US-108	1	H20	環境
ハイボリウムエアサンプラー	シバタ HV-1000F	1	H19	環境
高感度可燃性ガス検知器	新コスモス電機 XP-3160	1	H19	環境
天秤	ザルトリウス LA130S-F	1	H19	環境
VOC分析計	島津 VMF-1000 (FID式)	1	H18	環境
複合ガス測定器(CO・CO <sub>2</sub> モニター)	光明理化学工業 UM-280L	1	H18	環境
誘導結合プラズマ質量分析計	アジレント 7500ce	1	H18	環境
Ge半導体検出器一式	セイコー GEM25P4	1	H18	環境
ガスクロマトグラフ装置	島津 GC2014 (FPD)	1	H17	環境
位相差顕微鏡	ニコン ECLIPSE80i	1	H17	環境
低バックグラウンド放射能自動測定装置	キャンベラ 5-XMLB	1	H17	環境
Ge半導体核種分析装置	セイコー MCA7600	1	H17	環境

品名	規格	数量	購入年度	所属
ガスクロマトグラフ (TCD)	島津 GC8A	1	H15	環境
高速液体クロマトグラフ	島津 HPLC VP-10	1	H15	環境
赤外分光光度計	日本分光 FTIR	1	H14	環境
ガスクロマトグラフ	日立 G3000	1	H14	環境
イオンクロマトグラフ	島津 HIC-SP	1	H14	環境
悪臭測定装置	島津 14BFFp	1	H14	環境
冷凍遠心機	クボタ 5930	1	H13	環境
高速自動濃縮装置	柴田科学 5410-03	1	H13	環境
ECD検出器付ガスクロマトグラフ	アジレント 6890N	1	H13	環境
メディカルフリーザー	サンヨー MDF-U442	1	H12	環境
真空低温乾燥器	ヤマト科学 ADP-21	1	H12	環境
マルチ環境計測システム	テスト-445	1	H12	環境
オキシダント自動測定記録計	東亜DKK GUX-253	1	H12	環境
高分解能ガスクロマトグラフ質量分析装置	日本電子 JMS-700	1	H11	環境
高速液体クロマトグラフ	HPLC	1	H11	環境
ハイボリウムエアースンプラー	柴田科学 HVC-1000N	1	H10	環境
ガスクロマトグラフ質量分析計	ヒュレットパッカー HP6890	1	H9	環境
ガスクロマトグラフ質量分析計	ヒュレットパッカー HP5973	1	H9	環境
マイクロウェーブ分解装置	マイルストーン社 MLS-1200MEGA他	1	H9	環境
冷却小型遠心機	コクサン H-500FR型	1	H9	環境
重油中いおう分分析装置	理学電気 サルファX TR43009	1	H8	環境
メディカルフリーザ	三洋電機 MDF-U442	1	H8	環境
シンチレーションサーベイメーター	アロカ TCS-166	1	H8	環境
悪臭測定装置	島津 GC-17APFFp	1	H7	環境
高速液体クロマトグラフ分取システム	日本分光 PV-987	1	H7	環境
オゾンメーター	東亜DKK	1	H5	環境
分光光度計	日立 U-3000	1	H5	環境
イオンクロマトグラフ	横河 IC7000S	1	H3	環境
ガスクロマトグラフ (FPD)	日立 263-70	1	H1	環境
ガスクロマトグラフ (ECD)	日立 163	1	S53	環境
タンパク質質量解析機器	解析ソフトproteinpilot等	1	H24	食品
上皿直示天秤	ザルトリウス CPA2202S	1	H23	食品
直示天秤	島津製作所(株) AUW220D	1	H23	食品
遠心エバポレーターシステム	東京理科機器(株) CVE-3100	1	H23	食品
ロータリーエバポレーター	日本ビュッヒ R-3型他	1	H23	食品
超音波ホモジナイザー	(株) マイクロテック・ニチオン	1	H23	食品
超高速ホモジナイザー	(株) マイクロテック・ニチオン	1	H23	食品
メディカルフリーザー	三洋電機(株) MDF-U538D	2	H23	食品
高速冷却遠心機	KUBOTA 7780	1	H23	食品
ザルトリウス超純水製造装置	アリウム612純水製造装置	1	H23	食品
冷蔵庫	シャープ SJ-XF60T	1	H23	食品
乾熱滅菌器	アドバンテック STN420DB	1	H23	食品
水平振とう機	東京理科機器(株) MWS-3010	1	H23	食品
製氷機	ホシザキ電気(株) FM-130K	1	H23	食品
ゲルマニウム半導体検出放射能測定装置	セイコー・イージーアンドジー株式会社	2	H23	食品
サーベイメータ	ALOKA TGS-146	1	H23	食品
液体クロマトグラフ溶媒選択バルブ	アジレント(株)G1360A1200LC用	1	H22	食品
粉砕器	ホレッチェ グラインドミックス GM200	1	H21	食品
ガスパージ式濃縮器	GLサイエンス リアクティブサーモ	1	H21	食品
分液ロート振とう器	東京理科機器 MMV-1000W	1	H21	食品
ガスクロマトグラフタンデム質量分析計	アジレント7000B GC/MS トリプル四重極システム	1	H21	食品

品名	規格	数量	購入年度	所属
抽出用マントルヒーター	(株)東京技術研究所 HKI-A-6	1	H21	食品
液体カマトグラフ検体質量分析計	API 4000 Q Trap	1	H20	食品
自動化農薬成分抽出装置	GLサイエンス G-Prep GPC8100	1	H20	食品
高速液体カマトグラフ操作ソフト	島津高速液体カマトグラフVP10 V6バージョンアップキット	1	H20	食品
冷凍庫	日本フリーザー GS-5203KHC	1	H19	食品
オートクレーブ	ヤマト SP200	1	H19	食品
ガスクロマトグラフ質量分析計	島津 GC/MS-2010	1	H18	食品
ガスクロマトグラフ (ECD)	島津 GC-2010 ECD	1	H17	食品
還元水銀測定装置	日本インスツルメント RA-3 Model3220	1	H16	食品
ガスクロマトグラフ (ECD)	島津 GC-2010 ECD-NPD付き	1	H15	食品
ガスクロマトグラフ (NPD)	アジレント HP-6890	1	H15	食品
ガスクロマトグラフ質量分析計	ヒュレットパッカー HP5973	1	H10	食品
高速液体カマトグラフ(カバメト農薬測定用)	島津 LC-10ADポストカラム	1	H6	食品

[平成26年度に購入(導入)した検査備品]

品名	規格	数量	所属
超低温フリーザー	サンヨー MDF-794AT-PJ	1	保健
リアルタイムPCR装置	ロシュライトサイクラー96システム	1	保健
分析天びん	メトラー・トレド XSE105DUV	1	生活
ガスクロマトグラフ質量分析計一式	サーモフィッシャーサイエンティフィック TRACE1310GC-ISQ LT	1	生活
オートサンプラー	CTC Analytics AG CombiPALオートサンプラー	1	環境
電子天秤	ザルトリウス MSE12201	1	環境
低バックグラウンド放射線自動計数装置用制御システム	セイコー・イージーアンドジー株式会社	1	環境
Ge半導体核種分析装置制御用システム	キャンベラジャパン(株)	1	環境
還元水銀測定装置	日本インスツルメンツ(株) RA-4300	1	環境
送液ポンプ	ヤマト科学(株) MASTERFLEX L/S 05728-20	1	環境
超音波ピペット洗浄機	東京超音波技研(株) UCL-1730N	1	環境
液体カマトグラフ検体精密質量分析計	ThermoFischerSCIENTIFIC社製 Q Exactive Plus	1	食品
原子吸光分光光度計	(株)日立メテックテクノロジーズ ZA3300	1	食品
フーリエ変換赤外分光光度計	日本分光(株) FT/IR-4600	1	食品
卓上型電子顕微鏡	日本電子JCM-6000	1	食品

## 6.2 新規購入図書

分類	雑誌名	巻号
(邦文雑誌)		
490 医学	PHARM TECH JAPAN	30-31
518 衛生工学	環境技術	43-44
	官公庁環境専門資料	49-50

所報第 23 号編集委員

亀山芳彦（委員長） 佐々木正人  
筑本貴郎 小山由美子  
酢谷奈津 丸山 友美  
上村幸華



岐阜県保健環境研究所へのアクセス

- JR高山本線「那加駅」から徒歩20分
- 名鉄各務原線「市民公園前」「各務原市役所前」から徒歩15分
- 東海北陸自動車道「岐阜各務原IC」から車で約10分

岐阜県保健環境研究所報

第 23 号（平成 27 年度）

平成 27 年 11 月発行

編集発行 岐阜県保健環境研究所  
〒504-0838 各務原市那加不動丘 1-1  
TEL 058-380-2100（代表） FAX 058-371-5016  
E-mail : c22614@pref.gifu.lg.jp  
URL : <http://www.health.rd.pref.gifu.lg.jp/>